



economie

FOD Economie, KMO, Middenstand &
Energie

Dienst voor de Intellectuele Eigendom

(11) 1027320 B1

(47) Datum van verlening : 12/01/2021

(12) BELGISCH UITVINDINGSOCTROOI

(47) Publicatiedatum : 12/01/2021

(21) Aanvraagnummer : BE2019/5349

(22) Indieningsdatum : 28/05/2019

(62) Afsplitst van basisaanvraag :

(62) Indieningsdatum basisaanvraag :

(51) Internationale classificatie : C04B 20/10, C04B 20/12, C04B 26/06

(30) Voorrangsgegevens :

(73) Houder(s) :

SIDEC nv

2490, BALEN
België

(72) Uitvinder(s) :

VAN DER HEIJDEN Sam
9100 SINT-NIKLAAS
België

VANDEBROEK Mark Lode
3580 BERINGEN
België

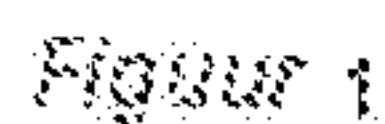
DE RYBEL Nils
9000 GENT
België

DE CLERCK Karen
9051 AFSNEE
België

D'HOOGE Dagmar Rafaël J.
9052 ZWIJNAARDE
België

**(54) GRANULAAT EN BIJHOREND GEUR- EN EMISSIEARME COATING IN HET BIJZONDER
BOUWELEMENTCOATING, BIJVOORBEELD VLOERCOATING, OP BASIS VAN EEN
RADICALE POLYMERISATIE**

(57) Granulaat voor een op radicalaire ketengroepolymerisatie gebaseerde coating formulatie, geschikt om inhibitie van harspolymerisatie door omgevingslucht te minimaliseren, Granulaat samenstelling, Coating formulatie kit, en proces voor het aanbrengen van een op radicalaire ketengroepolymerisatie gebaseerde coating formulatie kit.



**« GRANULAAT EN BIJHOREND GEUR- EN EMISSIEARME COATING IN HET
BIJZONDER BOUWELEMENTCOATING, BIJVOORBEELD VLOERCOATING, OP
BASIS VAN EEN RADICALAIRE POLYMERISATIE »**

Technisch domein

De onderhavige uitvinding heeft betrekking op een formulatie van een granulaat voor coatings, in het bijzonder
5 bouwelementcoatings, bijvoorbeeld vloercoatings.

In een tweede aspect, omvat de onderhavige uitvinding een samengesteld granulaat dewelke het granulaat bevat.

In een derde aspect, betreft de onderhavige uitvinding een kit om een oppervlak te bekleden met een coating

10 In een vierde aspect, is de onderhavige uitvinding gerelateerd tot een methode om een (vloer)coating aan te brengen op een oppervlak.

Technologische achtergrond van de uitvinding

De onderhavige uitvinding heeft betrekking op een granulaat
15 gebruikt voor coating formulaties op basis van radicalaire ketengroepolymerisatie waarbij reactieharsen worden gebruikt en op andere aspecten van coatings.

Vloercoatings zijn heel populair. Vaak bevatten deze coatings zand of grind of andere, al dan niet gekleurde granulaten
20 dewelke gebonden worden met een hars en soms bedekt worden met een top coating om deze te beschermen en de indringing van water te voorkomen. Deze granulaten dragen zowel bij tot de esthetische, mechanische als antislip eigenschappen van de bekomen coating. De bijhorende coatingformulaties polymeriseren rechtstreeks op de vloer bij
25 omgevingscondities met als variabele winter- of zomercondities. Het voordeel van coating technologie gebaseerd op radicalaire ketengroepolymerisatie van, methacylaten en/of acylaten (afgekort als

(M)A), is dat de coating op uurschaal volledig kan worden uitgehard, terwijl andere coatings zoals deze gebaseerd op stapsgewijze polymerisatie (epoxy of polyurethaan gebaseerde systemen) een veel langere tijd nodig hebben, meestal ten minste zes uur of langer, dus eerder werkdagschaal, wat betekent dat een volledige vloeropbouw –
5 dewelke bestaat uit meerdere lagen - meerdere dagen in beslag neemt.

De verwerking van reactieharsen op basis van (M)A in het kader van vloercoatings gaat normaal samen met een sterke offensieve geur en een significante lucht gebonden toxiciteit, in het bijzonder
10 wanneer significante hoeveelheden (co)monomeer met hoge dampdruk gebruikt worden zoals methylmethacrylaat (MMA). Deze monomeren hebben ook vaak een laag vlampunt en verhogen aldus ook de kosten wanneer deze worden behandeld tijdens productie, verpakking, transport en toepassing.

15 Radicalaire ketengroeipolymerisatie van (M)A monomeer of comonomeren al dan niet in de aanwezigheid van oligomeer/polymeer met tertiaire amines, benzoylperoxide als radicalaire initiator en was of paraffine als een zuurstofbarrière om een (M)A-vloerbekledingshars te vormen is een breed toegepaste verwerkingstechnologie voor coatings in
20 de bouwindustrie.

Een uitgeharde coating met de juiste formulatie vertoont een relatief goede chemische weerstand tegen zwakke zuren en basen (courant gebruikt bv. in voedingsindustrie), UV resistentie en slijtvastheid. Ten gevolge van het gebruik van monomeren met lage dampdruk zoals
25 MMA hebben dergelijke coatings echter problemen met geur, monomeeremissies, toxiciteit en ontvlambaarheid, in het bijzonder tijdens de plaatsing van de coating.

Er zijn geurarme (M)A-bekledingsformulaties bekend, die grotendeels bestaan uit enigszins hogere maar niet zeer hoge molaire
30 massa monomeren omdat opname van te grote verbindingen zoals te

zware oligomeren en polymeren vaak de aanbrenging van de bekleding compliceren, in het bijzonder in coatings met een laag molaire massa oplosmiddel of in de afwezigheid van oplosmiddelen. Het beheersen of verminderen van de geur vermindert, in veel gevallen, vaak ook de toxiciteit aangezien veel van de vluchtige stoffen die verantwoordelijk zijn voor de geur, ook bijdragen aan de toxiciteit.

Een probleem met geurarme (M)A-reactieharsen is zuurstofinhibitie wat leidt tot vroegtijdige beëindiging van de polymerisatiereactie. Zo reageren de radicalen, gevormd door de radicale initiator aan of in de buurt van het oppervlak snel met zuurstof uit de lucht en worden aldus gedeactiveerd. Dit geeft aanleiding tot geen of onvolledige polymerisatie waardoor het oppervlak van dergelijke coatings vaak kleverig blijft.

Bij het gebruik van volatiele (i.e. met een dampdruk rond 3.9 kPa) monomeren wordt dit tegengegaan door het toevoegen van paraffine of was. Deze was wordt, ten gevolge van de aanwezigheid van volatiele monomeren, naar de oppervlaktelaag gestuwd na een zekere reactiegraad, waardoor de paraffine zuurstofindringing minimaliseert. Deze modificatie kan eventueel gecombineerd worden met het oplossen van polymeer in deze (volatiele) monomeren. Wanneer het volatiele monomeer verdampt geeft dit tevens aanleiding tot filmvorming ten gevolge van fysische droging, wat tevens de diffusie van zuurstof in de coating onderdrukt. Bij volatiele monomeren kan dus het optreden van zuurstofinhibitie sterk afgeremd worden, en wordt snelle uitharding tot voldoende hoge monomeerconversie verkregen. Dergelijke modificaties zijn echter niet toepasbaar bij geurarme (M)A-harsen, waarbij noch volatiele monomeren noch andere volatiele oplosmiddelen wenselijk zijn.

Het is bijgevolg verre van evident om een goede balans tussen de werktijd (plaatsing), de uithardingstijd en het minimaliseren van gezondheidsrisico's te vinden; in het bijzonder voor geurarme (M)A

systemen. De behoefte aan een alternatieve methode om de negatieve effecten van zuurstofinhibitie tegen te gaan zonder het noodzakelijk gebruik van vluchtige monomeren of oplosmiddelen blijft een kritisch punt.

5

Prior art

Er waren reeds enkele verbeteringen gedaan betreffende de harsen voor vloercoatingformulaties, in het bijzonder door het vervangen van acrylaten in het hars door minder volatiele (M)A monomeren, om zo het geurprobleem en het volatiliteitsprobleem op te lossen, en terwijl
10 redelijke snelle harding en een breed temperatuurwerkgebied beschikbaar te hebben.

Amerikaans octrooischrift US 7 049 355 beschrijft een vloercoatingformulering omvattende geurarme (M)A-monomeren, eventueel aangevuld met een prepolymeer, een paraffine en / of was,
15 en een redox-systeem, bevattende een versneller en een peroxidekatalysator of initiator in een voldoende hoeveelheid. Hierbij dient opgemerkt dat altijd een (M)A monomeer aanwezig is.

Amerikaans octrooischrift US 9 657 191 beschrijft een uithardbare, lage geur, vloeibare bekledingssamenstelling, die
20 gemakkelijk wordt aangebracht bij kamertemperatuur zonder externe verwarming, bruikbaar bijvoorbeeld als een proces voor het verkrijgen van coatings voor vloertoepassingen, omvattende:

- a) een reactief op acryl gebaseerd polymeer omvattende (M)A functioneel hangende groepen
- 25 b) reactieve onverzadigde monomeren, typisch acrylische of methacrylische monomeren, vaak polyfunctionele monomeren;
- c) een thermische of UV-geactiveerde radicaalinitiator, en in vele uitvoeringsvormen;
- d) een inerte en niet-polaire was of viskeuze olie, bijvoorbeeld
30 een paraffinisch materiaal;

e) eventueel een tertiair amine, bijvoorbeeld een tertiaire amineversneller gebruikt met een thermisch geactiveerde radicaalinitiator.

US 9175171 beschrijft ook reactieve harsen gebaseerd op methacrylaat dewelke bestaat uit:

- a) van 0.1 tot 15% van de massa aan (M)A,
- b) van 30 tot 50% van de massa aan methyl methacrylaten,
- c) van 15 tot 40% van de massa aan (M)A gebaseerd polymer en/of oligomeren
- d) van 0 tot 10% van de massa aan vernetende stoffen
- e) van 0 tot 5% van de massa aan versnellers
- f) andere hulpstoffen en toevoegmiddelen.-

Volgens dit document, zijn deze reactieve harsen een uitstekende basis voor formulaties welke meestal gebruikt worden voor wegmarkeringen en vloercoatings en verbetert het gebruik van urethaan gefunctionaliseerde acrylaten merkbaar de karakteristieke eigenschappen van de reactieve harsen.

Reactieve harsen gebaseerd op (M)A met urethaan uit octrooischrift US9175171 vertonen duidelijk een vermindering aan geur, aangezien de volatiele componenten deels geëlimineerd zijn. Voorts vertonen de (M)A harsen goede flexibiliteit gecombineerd met hoge mechanische stabiliteit. Ze hebben ook goede stromingseigenschappen en uitstekende oppervlakte eigenschappen.

Hoewel de tekst een uitvoerige beschrijving geeft op gebied van de vorming van harsen, blijft het gebruik van harsen samen met granulaten heel weinig beschreven, en werd het meeste onderzoek gedaan naar de hars component van de coating.

Er is echter een stijgende vraag naar meer "natuurlijke" coatings, zoals eerder genoemde coating formulaties voor dewelke de

eigenschappen en de harding van het hars niet negatief geïmpacteerd wordt door de aanwezigheid van het granulaat.

Er is behoefte aan een coating formulatie welke makkelijk toepasbaar is op een brede selectie aan ondergronden, welke makkelijk
5 geproduceerd kan worden met minder of zonder geur en vluchtige organische componenten, en toch toepasbaar voor een breed gamma aan verschillende instrooimaterialen zoals, grind, marmer, glas, zand en elk ander korreltype zoals polymeerkorrels.

Korte samenvatting van de uitvinding

10 Tenzij anders gedefinieerd hebben alle termen die gebruikt worden in de beschrijving van de uitvinding, ook technisch en wetenschappelijke termen, de betekenis zoals ze algemeen begrepen worden door de vakman in het technisch veld van de uitvinding. Voor
een betere beoordeling van de beschrijving van de uitvinding, worden
15 de volgende termen expliciet uitgelegd.

“Een”, “de” en “het” refereren in dit document naar zowel het enkelvoud als het meervoud tenzij de context duidelijk anders veronderstelt. Bijvoorbeeld, “een segment” betekent een of meer dan één segment.

20 De termen “omvatten”, “omvattende”, “bestaan uit”, “bestaande uit”, “voorzien van”, “bevatten”, “bevattende”, “behelzen”, “behelzende”, “inhouden”, “inhoudende” zijn synoniemen en zijn inclusieve of open termen die de aanwezigheid van wat volgt aanduiden, en die de aanwezigheid niet uitsluiten of beletten van andere
25 componenten, kenmerken, elementen, leden, stappen, gekend uit of beschreven in de stand der techniek.

Het citeren van numerieke intervallen door de eindpunten omvat alle gehele getallen, breuken en/of reële getallen tussen de eindpunten, deze eindpunten inbegrepen.

Binnen het kader van de uitvinding betekent (meth)acrylaat ((M)A) een methacrylaat (MA) of een acrylaat (A) verbinding. (Meth)acrylaathars betekent een hars waarbij minstens één van de comonomeren een acrylaat of methacrylaat is.

- 5 De term koud uithardend, wordt beschouwd als uithardbaar bij de courante klimatologische omstandigheden voortoeppingen in de bouwindustrie. Een koud hardend proces laat polymerisatie toe tot een vorming van een vaste coating zonder dat het door een externe bron actief moet worden verwarmd (bv in een oven of met hete lucht blazer).
- 10 Daarnaast hoeft er ook geen energie toegevoegd te worden door middel van straling die niet van nature aanwezig is op de bouwwerf. Denk bv aan het gebruik van UV lampen of IR lampen. De omgevingstemperatuur is bij voorkeur tussen de 0 en de 35°C,- en de luchtvochtigheid tussen 0 en 99%. Ten gevolge van de vrijkomende reactiewarmte (en de dunne laagdikte
- 15 van de applicatie) kan deze temperatuur echter lokaal wel toenemen tot maximaal 150°C.

De term coating formulaties, binnen onderhavige uitvinding omvat coating formulaties voor bouwelementen zoals vloer of muur coating formulaties, werkblad oppervlak coating formulaties, zoals

20 industriële- of huishoudwerkblad oppervlakken, tafelloppervlakken, hellende oppervlakken of oprit coating formulaties, zwembad coating formulaties, of eender welke vorm van coatings.

De uitvinding betreft in een eerste aspect een granulaat voor een op radicalaire ketengroeipolymerisatie gebaseerde coating

25 formulatie omvattend ten minste een granulaat dewelke een gemiddelde partikel grootte d50 heeft tussen 0.1 en 2 mm gemeten volgens ASTM C136, ten minste gedeeltelijk gecoat met ten minste één component C1 zijnde een versneller en/of radicalaire initiator.

De granulaat is bij voorkeur een granulaat voor een op radicalaire ketengroepolymerisatie gebaseerde coating formulatie, geschikt om inhibitie van harspolymerisatie door omgevingslucht te minimaliseren, omvattend ten minste een granulaat dewelke een

5 gemiddelde partikel grootte d50 heeft tussen 0.1 en 2 mm, gemeten door ASTM C136, gekozen in de groep bestaande (i) uit apolaire granulaten welke een contacthoek met water heeft van 35° of meer, bijvoorkeur van 55° of meer, wanneer deze gemeten wordt volgens de DIN 55660-2:2011-12 standaard, ten minste gedeeltelijk gecoat met ten minste één

10 component C1 zijnde een versneller en/of radicalaire initiator, waarin de hoeveelheid aan component C1 is groter dan 0,2 g/m² apolair granulaat oppervlakte bedraagt, of (ii) granulaten gecoat met ten minste één component C1 zijnde een versneller en/of radicalaire initiator, waarin de hoeveelheid aan component C1 voldoende is om geschikt te zijn om een

15 harspolymerisatie toe te laten die sneller gebeurt dan de inhibitie door omgevingsomstandigheden, typisch bevindt de hoeveelheid C1 is groter dan de 4g/m² en de 10 g/m² en hun mengels.

Het is inderdaad mogelijk gebleken volgens de onderhavige uitvinding om ten minste een deel van de vooropgestelde problemen op

20 te lossen door een granulaat te gebruiken welke gebruikt kan worden met verschillende harsformulaties en eveneens bijdraagt tot de vermindering van het vrijkomen van geur en volatiele bestanddelen samen met het vereenvoudigen van het aanbrengen van de vloercoating formulatie.

Het granulaat volgens de onderhavige uitvindingen heeft bij

25 voorkeur een contacthoek van 35° of meer, bij voorkeur van 55° of meer, wanneer gemeten met water volgens de DIN 55660-2:2011-12, dewelke een polariteitsverschil tussen het granulaat en de verschillende soorten harsen veroorzaakt en de toepassing vergemakkelijkt.

Volgens de onderhavige uitvinding betekenen de termen “gemeten met water volgens de DIN 55660-2:2011-12”, dat de contacthoek tussen water en een individueel zand granulaat gemeten werd met minimale variatie, dewelke te wijten is aan de kleine diameters van de granulaten. Meer bepaald, tien individuele zand granulen werden geplaatst onder een microscoop. Één druppel water werd toegevoegd aan elk zanddeeltje, gebruikmakend van een piëzo-dispenser. Het gemiddelde volume van de water druppels was $78 \text{ pL} \pm 0 \text{ pL}$ (in vlucht). De oppervlakte spanning van de test vloeistof (water) bedroeg $72,66 \text{ mN/m}$. De beeldhoek van de camera werd ingesteld op $+ 2^\circ$. De omtrek van de druppel werd gemeten volgens de ellipse-fitting-method. De statische contact hoek werd gemeten 30-105 ms na het toevoegen van de water druppel, dat is het moment waarop de vorm van de druppel in evenwicht is en verdamping nog geen impact gehad heeft op de vorm. Elke individuele druppel werd één keer gemeten.

Volgens de onderhavige uitvinding, is de hoeveelheid van C1 uitgedrukt in gram (g) per vierkantemeter (m^2) granulaat oppervlak gemeten door, de component C1 van het granulaat te verwijderen gebruikmakend van een gepast solvent. Indien er naast de component C1 nog andere componenten worden verwijderd (bv. apolaire was of droogstof indien aanwezig) dan dient een gepaste chemische analyse techniek gebruikt te worden om de hoeveelheid C1 in het mengsel van C1, solvent en ander componenten te bepalen, bv. HPLC

Naast de massa van de component C1 dient men ook het granulaat oppervlak van de granulaten te bepalen. Het granulaat oppervlak wordt berekend door eerst een zeefanalyse uit te voeren volgens ASTM C136. Vervolgens wordt het specifiek oppervlak van elke zeef fractie bepaald door de granulaten te beschrijven als sferische deeltjes uit met eenzelfde densiteit als het basismateriaal van het granulaat (bv. In geval van kwarts granulaten 2650 kg/m^3) en met een

diameter gelijk aan het gemiddelde tussen de onderliggende en bovenliggende zeefgaas maat. Het totale granulaat oppervlak wordt bekomen door het granulaat oppervlak van de verschillende zeef fracties op te tellen.

5 Inderdaad, met bekende coating formulaties, wanneer de coating aangebracht wordt op een reeds bestaande ondergrond, is de eerste stap het mengen van de verschillende componenten van het hars en het aanbrengen van het mengsel onder de vorm van een laag op de bestaande ondergrond. Het mengsel van de verschillende componenten
10 kan ook een vulstof bevatten of de vulstof kan aangebracht worden op de harslaag. Nadien wordt het granulaat aangebracht op het oppervlak.

De onderhavige uitvinding maakt duidelijk dat het mogelijk is om een apolair granulaat te gebruiken met bij voorkeur een specifieke polariteit voorgesteld door de contacthoek met water van 35° of meer,
15 bij voorkeur van 55° of meer, dewelke gedeeltelijk gecoat is met een component C1, zijnde een versneller of een initiator, resulterend in een coating formulatie die makkelijker kan aangebracht worden en waar de polymerisatie gecontroleerd kan worden en indien gewenst uitgesteld kan worden tot na het toevoegen van het granulaat en gebruikt kan
20 worden voor verschillende soorten harsen.

Voorts zorgt de Component C1 en/of de polariteit van het apolaire granulaat, dankzij de voldoende kleine relatieve afstand van de verschillende granulaatdeeltjes wanneer ze worden aangebracht op het te bedekken oppervlak, voor een snelle reactie aan het coating
25 oppervlak en vormt alzo een barrière tegen zuurstofinhibitie. Uiteraard dient de hoeveelheid aan component C1 in de partiële coating van het apolaire granulaat zorgvuldig te worden bepaald, om een snelle polymerisatie mogelijk te maken aan het oppervlak tussen de granulaten.

De onderhavige uitvinding betreft aldus een zelfregulerend
30 proces ter vermindering van zuurstofinhibitie bij coating formulaties

gebaseerd op radicalaire ketengroei polymerisatie ter bekleding van (bouw) oppervlakken zoals bv vloeren, wanden, pilaren, trappen, enz... dit met de mogelijkheid om volatiele monomeren te vermijden zodat de resulterende coating geur en emissiearm is.

5 Inderdaad, de component C1 is aanwezig in deze partiële coating en dient op zodanige manier rond de granulaten te worden gecoat zodat deze ten minste deels beschikbaar blijft aan het oppervlak van het granulaat om te kunnen reageren met de componenten van de coating formulatie op het moment dat de korrel wordt aangebracht in de
10 buurt van het vloeistofoppervlak.

De granulaten omvat in deze uitvinding zijn na het instrooien slechts in een dunne laag aan het oppervlak aanwezig. Deze mogen of worden verder doorgaans ten minste gedeeltelijk in het bulk mengsel van componenten van de hars opgenomen.

15 De granulaten hebben een gemiddelde partikelgrootte d_{50} tussen 0,1 en 2 mm wat betekent dat het granulaat in een voorkeur dragende uitvoeringsvorm een diameter heeft tussen 0.1 en 2 mm, bij voorkeur tussen 0.2 en 2 mm, nog meer bij voorkeur tussen 0.3 en 1.5 mm, nog meer bij voorkeur tussen 0.4 en 1.2 mm, het liefst tussen 0.4 en 0.8 mm.

20 Het afstemmen van de korreldiameter, in het bijzonder het vermijden van te grote of te kleine korrels laat toe om de zuurstofinhibitie optimaal te minimaliseren en wordt bij voorkeur gekozen zodanig dat eventuele onbedekte delen van het oppervlak niet groter zijn dan 3mm^2 bij voorkeur kleiner dan 1mm^2 .

25 Dankzij de apolariteit van de granulaten van de uitvinding, of de voldoende aanwezigheid van de component C1 wordt de capillaire werking van het mengsel verhinderd, en het opstijgen van hars tussen de granulaten partikels beperkt.

In een voorkeur dragende uitvoeringsvorm van de
30 onderhavige uitvinding, is de hoeveelheid aan component C1 van de

apolaire granulaten (i) met een contacthoek met water van 35 ° of meer, kleiner dan 5 g/m² apolair granulaat oppervlakte bedraagt

In een andere voorkeur uitvoeringsvorm van de onderhavige uitvinding, is de hoeveelheid aan component C1 van de granulaten (ii) 5 kleiner dan 10 g/m² apolair granulaat oppervlakte bedraagt.

In nog een andere voorkeur uitvoeringsvorm van de onderhavige uitvinding, bevat het apolair granulaat ten minste apolaire korrels en/of ten minste granulaat deeltjes dewelke minstens deels gecoat zijn met een apolaire samenstelling zoals parafine of was.

10 In een verdere voorkeur dragende uitvoeringsvorm volgens de onderhavige uitvinding, heeft het ten minste aanwezige granulaat een partikelgrootte d₃₀ tussen 0,4 en 0,8 mm en/of een partikelgrootte d₇₀ tussen 0,8 mm en 1,2mm.

Bij voorkeur, is de apolaire samenstelling zoals bijvoorbeeld 15 paraffine of wax gekozen uit de groep, bestaande uit lineaire of vertakte koolwaterstoffen met de algemene formule C_nH_{2n+2}, waarbij n een waarde heeft tussen 10 en 70, en een aandeel iso- en cycloalkanen / paraffinen van 0 tot 60%; microkristallijne was; coatings van polymeren zoals polyethyleen, polypropyleen, PTFE; carnaubawas; bijenwas; 20 lanoline; walvisolie; een polyalkeenwas; ceresine; candelilla was en een mengsel van deze wassen.

Volledig geraffineerde en gedesoleerde wassen hebben de voorkeur gekregen voor gebruik in de(M)A-harsen van de uitvinding voor oppervlaktebekleding. Het gebruik van paraffine heeft als verder 25 voordeel dat dit materiaal in combinatie met (M)A harsen goed gekend is.

Aan de ene kant, met het aanwenden van de paraffine of was is minder versneller nodig en door in te spelen op de polariteit van de granulaten kan de capillaire werking onderdrukt worden. Aan de andere 30 kant, kan de capillaire werking tegengegaan worden door aanzienlijk

hogere hoeveelheden versneller. In dit geval compenseert de hogere hoeveelheid radicalen gevormd uit de redoxreactie voor de aanwezige zuurstof. Merk op dat wanneer er te veel capillaire werking is, het granulaat bevochtigd wordt met een dunne laag hars die gevoelig blijft voor zuurstofinhibitie.

In een voorkeur dragende uitvoeringsvorm van onderhavige uitvinding, omvat component C1 ten minste één versneller. De versneller is een chemische component die kan reageren met een radicale initiator tot vorming van radicalen bij kamertemperatuur en is bij voorkeur gekozen uit de groep van aminen, meer bij voorkeur tertiaire aminen of ammoniumzouten en mercaptanen zoals bijvoorbeeld N,N-Dimethyl-p-toluïdine, N,N-dimethyl aniline, benzyldimethylamine, N,N-dihydroxyethyl-p-toluïdine (DHEPT), N-(2-hydroxyethyl)-N-methyl-para-toluïdine, para-toluïdine ethoxylaats (PTE), 2-(4-dimethylaminophenyl)ethanol (DMAPEA), 1,1'-(p-tolylimino)dipropan-2-ol, 2,4,6-tris(dimethylaminomethyl)fenol, 2-[(dimethylamino)methyl]fenol, N,N-diethyl aniline, dimethylethanolamine, 2-diethylamino-ethanol, bis-(2-dimethylaminoethyl)ether, pentamethyldiethylenetriamine, N-ethylmorpholine, N-methylmorpholine, 4-(2-Hydroxyethyl) morpholine, dimethylpiperazine, 4-(dimethylamino)benzyl alcohol, 4-dimethylaminobenzyl methacrylaats, 4-(dimethylamino)fenylethaanzuur, 2-ethylhexyl 4-(dimethylamino)benzoate, ethyl 4-(dimethylamino)benzoate, 4-(N,N-dimethylamino)fenethyl alcohol en 2-(4-(Dimethylamino)fenyl)ethanol en hun mengsels. nog meer bij voorkeur benzyldimethylamine, N,N-dihydroxyethyl-p-toluïdine (DHEPT), N-(2-hydroxyethyl)-N-methyl-para-toluïdine, para-toluïdine ethoxylaats (PTE).

Het is mogelijk de instrooikorrel te coaten met een initiator in tegenstelling tot een versneller. Ook zo kan een polymeerlaag gevormd worden die het vormend (M)A-hars afschermt van de omgevingslucht. Hier dient een initiator gekozen te worden die voldoende stabiel is bij

kamertemperatuur. Aldus, in een andere voorkeur dragende uitvoeringsvorm van de uitvinding, omvat component C1 ten minste één initiator die bij voorkeur gekozen is uit de groep bestaande uit peroxiden zoals een ketonperoxide, een diacylperoxide, een per-ester, een per-ketaal, zoals methylethylketonperoxide, acetylacetonperoxide, dilauroyl peroxide, ketonperoxide, methyisobutylketonperoxide, cyclohexanonperoxide, dibenzoylperoxide, tert-butylperoxybenzooat, tert-butylperoxyisopropylcarbonaat, 2,5-bis- (2-ethylhexanoylperoxy) -2,5-dimethylhexaan, tert-butyl peroxy-2-ethylhexanoaat, tert-butyl peroxy-3,5,5-trimethylhexanoaat, 1,1-bis (tert-butyl peroxy) cyclohexaan, 1,1-bis-(tert-butylperoxy) -3,3,5-trimethylcyclohexaan, cumylhydroperoxide, tert-butylhydroperoxide, dicumylperoxide, bis- (4-tert-butylcyclohexyl) peroxidecarbonaat, en bij meer voorkeur dibenzoylperoxide en dilauroyl peroxide welke commercieel beschikbaar zijn in een poedervorm die een vorm van weekmaker kan bevatten, en een mengsel van deze.

Bij voorkeur, is het granulaat voor de coating formulatie verpakt in een zak , waarin maximaal 41,5 % van het volume in de zak lucht bedraagt. Granulaten die in dergelijke compacte vorm verpakt kunnen worden zijn immer ook in staat om het vloeistof oppervlak van de coating formulaties op basis van radicalaire ketengroeipolymerisatie voldoende te bedekken.

Bij voorkeur, worden de granulaat partikels gekozen uit minerale partikels of organische partikels. Voorbeelden zijn kwarts, metaalcarbiden, zand, metaaldeeltjes, marmer, dolomiet, glas, keramische materiaal of waarbij de korrels polymeer korrels zijn zoals polyethyleen, polypropyleen, polyethyleentereftalaat, poly(methylmethacrylaat), polyurethaan, natuurlijk of synthetische rubber.

In een voorkeur dragende uitvoeringsvorm, is het granulaat een gekleurd granulaat.

In deze voorkeur dragende uitvoeringsvorm is het granulaat, alvorens deze voorzien is van een versneller (component C), additioneel voorzien van een oppervlaktecoating. Deze oppervlaktecoating kan onder meer pigmenten bevatten. Zo kan het oppervlak voorzien worden van een gewenste kleur of kleureffect.

Deze gekleurde granulaten zijn in de handel verkrijgbaar of kunnen geproduceerd worden op basis van zand of kwartskorrels zoals beschreven in octrooi schrift BE 2018/5725, hierin verwerkt als referentie, dewelke verder gecoat zullen worden met was of paraffine en component C1.

Bij voorkeur is het granulaat verder gecoat met een droogstof bij voorkeur gekozen uit siliciumdioxide (silica) gebaseerde producten of gehydrateerde amorge natrium aluminium silicaten, bijvoorbeeld in een hoeveelheid van 0.05 tot 2 m%.

Andere uitvoeringsvormen van het granulaat zijn verder toegelicht in de conclusies.

In een tweede aspect, refereert onderhavige uitvinding ook naar een granulaat samenstelling voor een coating formulatie, omvattende ten minste één granulaat (i) of (ii) volgens de onderhavige uitvinding. Bijvoorbeeld een samenstelling van granulaten volgens onderhavige uitvinding, dewelke dezelfde grootte kunnen hebben of niet, dezelfde kleur kunnen hebben of niet.

Andere uitvoeringsvormen van de granulaat samenstelling volgens de onderhavige uitvinding worden vermeld in de bijgevoegde conclusies.

In een derde aspect, betreft de onderhavige uitvinding een coating formulatie kit omvattende:

a) Ten minste één granulaat dewelke een gemiddelde partikel grootte d50 heeft tussen 0.1 en 2 mm gemeten volgens ASTM C136

b) Ten minste één component C1 dewelke een versneller en/of radicalaire initiator is,

c) Een basis coat kit, omvattende ten minste één component C2 dewelke hetzelfde is als component C1, of niet, dewelke
5 een initiator of versneller is, verder omvattend ten minste één vloeibaar hars, dit vloeibaar hars bestaande uit ten minste 30m% van ten minste één vinylgroep bevattend monomeer, polymeer of oligomeer of een mengsel van deze.

Bij voorkeur, in de onderhavige coating formulatie kit ten
10 minste 0.01 tot 10m%, bijvoorbeeld van 0,01 tot 5m%, bij voorkeur van 0,05 tot 1,55m% van ten minste één versneller, op basis van de massa van het vloeibare hars, aanwezig is, hetzij op het apolair samengesteld granulaat of in de basis coat kit of beide, verder bevattende ten minste 0,1 tot 10m%, bij voorkeur van 0,5 tot 6,5 m% van ten minste één redox-initiërende
15 radicalaire initiator op basis van de massa van het vloeibare hars, hetzij op het granulaat (i) of granulaat (ii) of in de basis coat kit of alledrie.

Bij voorkeur, de granulaat is een granulaat volgens de onderhavige uitvinding zoals beschreven in het eerste aspect hierboven of een granulaat samenstelling zoals beschreven in het 2^{de} aspect.

20 De granulaten volgens de uitvinding, d.i. het granulaat dewelke ook een component C1 bevat, welke via een redox-reactie kan reageren met de component C2. De component C2 kan verkocht worden in een mengsel met het vloeibare hars of kan als aparte component verpakt worden die dient gemengd te worden met het
25 vloeibare hars vlak voor gebruik.

De granulaten volgens onderhavige uitvinding zullen eens ze in contact komen met de coatingformulatie de component C1 afgeven startend langsheen het oppervlak, die met de component C2 welke gemengd werd in het vloeibaar hars reageert en de polymerisatie
30 initieert. Samen vormen component C1 en component C2 een koppel

van ten minste één versneller en ten minste één initiator. Bij gevolg wordt in de buurt van het vloeibaar harsoppervlak snel een polymeer laag gevormd van zodra deze bedekt wordt met granulaten. Deze polymeerlaag schermt de coating verder af van zuurstof uit de omgeving.

- 5 Zo verhelpen de granulaten het probleem van inhibitie door omgevingslucht. Het gevolg hiervan is dat de granulaten het snel maar gecontroleerd en koud uitharden van geurarme coatings mogelijk maken.

10 Concreet zijn er dus volgende mogelijkheden wat betreft de samenstelling van component C1 en C2:

- (i) Component C1 omvat een of meerdere versnellers:

Component C2 omvat ten minste een initiator en bij voorkeur ook nog een versneller. Hierbij kan bijvoorbeeld alleen de versneller reeds aanwezig zijn in het vloeibare hars. De initiator is dan een aparte component van de basis coat kit en dient te worden gemengd met het vloeibare hars net voor het aanbrengen van de coating of het te coaten oppervlak. Dit is de voorkeur dragende uitvoeringsvorm. Ook bestaat de mogelijkheid om de initiator in het vloeibare hars te mengen en de accelerator aan te leveren als aparte component in de basis coat kit, echter een dergelijk kit is meestal slechts beperkt houdbaar in de tijd. Indien de component C2 geen extra versneller en dus enkel een initiator bevat, dan wordt ook deze bij voorkeur aangeboden als aparte component, verder dient er dan voor gezorgd te worden dat het vloeibare hars een voldoende lage viscositeit heeft en de laagdikte van de coating beperkt wordt zodat de granulaten tot op de bodem van de coating kunnen zakken.

- (ii) Component C1 omvat een of meerdere initiatoren:

Component C2 omvat ten minste een versneller en bij voorkeur ook nog een initiator. Hierbij kan de versneller reeds aanwezig zijn in het vloeibare

hars. De initiator is dan een aparte component van de basis coat kit en dient te worden gemengd met het vloeibare hars net voor het aanbrengen van de coating of het te coaten oppervlak. Dit is de voorkeur dragende uitvoeringsvorm. Ook bestaat de mogelijkheid om de initiator
5 in het vloeibare hars te mengen en de accelerator aan te leveren als aparte component in de basis coat kit, echter een dergelijk kit is meestal slechts beperkt houdbaar in de tijd. Indien de component C2 geen extra initiator bevat dan dient er voor gezorgd te worden dat het vloeibare hars een voldoende lage viscositeit heeft en de laagdikte van de coating
10 beperkt wordt zodat de granulaten tot op de bodem van de coating kunnen zakken.

(iii) Component C1 omvat een versneller en een initiator:

Component C2 kan ten minste één van dezelfde componenten van C1 bevatten of een additionele versneller of een additionele initiator. Indien
15 component C2 nog een initiator bevat wordt er opnieuw de voorkeur gegeven om deze als aparte component aan te bieden.

Bij voorkeur is de hoeveelheid C1 zo laag mogelijk, dit om zowel economische als esthetische redenen. Aromatische versnellers kunnen immers gevoelig zijn aan verkleuring onder invloed van UV-licht
20 en temperatuur. Het gebruik van een voldoende lage hoeveelheid C1 verhelpt dit probleem.

In een voorkeur dragende uitvoeringsvorm, hebben de granulaten, bijvoorbeeld instrooikorrels een diameter tussen 0.1 en 2 mm, bij voorkeur tussen 0.2 en 2 mm, nog meer bij voorkeur tussen 0.3 en 1.5
25 mm, nog meer bij voorkeur tussen 0.4 en 1.2 mm, het liefst tussen 0.4 en 0.8 mm. Het afstemmen van de korreldiameter, in het bijzonder het vermijden van te grote granulaten d.i. korrels, laat toe om de zuurstofinhibitie optimaal te minimaliseren en droogbaarheid te garanderen. Het is

evenwel mogelijk granulaten met grotere diameters te gebruiken in combinatie met granulaten met kleinere diameters.

In een voorkeur dragende uitvoeringsvorm wordt een mengsel van granulaten met een verschillende diameter gebruikt.

5 In een verdere voorkeur dragende uitvoeringsvorm kunnen granulaten met een diameter tussen 0.2 en 0.8 mm gecombineerd worden met instrooikorrels met een diameter hoger dan 0.8 mm. Bijvoorbeeld 30 m% instrooikorrels met een diameter tussen 0.4 en 0.8 mm en 70 m% instrooikorrels met een diameter tussen 0.8 mm en 1.2 mm geeft
10 voldoende bedekking en een goed resultaat.

In deze voorkeur dragende uitvoeringsvorm is het granulaat tevens een gekleurd granulaat. Zo kan het vloeroppervlak voorzien worden van een gewenste kleur of kleureffect. Voor een homogene kleur zullen aan de vloeibaar hars ook pigmenten worden toegevoegd. Verder
15 kan het gebruik van goed gekozen vloerkorreldistributies, of vloerkorrels met een onregelmatig oppervlak zorgen voor een "mat" kleureffect die eventueel zichtbaar blijven ondanks het toevoegen van een topcoating. Dit is het gevolg van het onregelmatig breken van het licht op de vloerkorrels.

20 Wanneer de component C2 ten minste één initiator bevat, dan wordt deze bij voorkeur gekozen uit de groep bestaande peroxiden zoals een ketonperoxide, een diacylperoxide, een per-ester, een per-ketaal, zoals methylethylketonperoxide, acetylacetonperoxide, dilauroyl peroxide, ketonperoxide, methylisobutylketonperoxide, cyclohexanonperoxide, dibenzoylperoxide, tert-butylperoxybenzooat, 25 tert-butylperoxyisopropylcarbonaat, 2,5-bis- (2-ethylhexanoylperoxy) -2,5-dimethylhexaan, tert-butyl peroxy-2-ethylhexanoaat, tert-butyl peroxy-3,5,5-trimethylhexanoaat, 1,1-bis (tert-butyl peroxy) cyclohexaan, 1,1-bis (tert-butylperoxy) -3,3,5-trimethylcyclohexaan, cumylhydroperoxide, tert-

butylhydroperoxide, dicumylperoxide, bis- (4-tert-butylcyclohexyl) peroxidecarbonaat, en bij meer voorkeur dibenzoylperoxide en dilauroyl peroxide die een vorm van weekmaker kan bevatten, en een mengsel van deze.

5 Wanneer de Component C2 ten minste één versneller bevat, dan wordt deze bij voorkeur gekozen uit de amine groep, meer bij voorkeur tertiaire aminen of ammoniumzouten en mercaptanen zoals bijvoorbeeld N,N-Dimethyl-p-toluïdine, N,N-dimethyl aniline, benzyldimethylamine, N,N-dihydroxyethyl-p-toluïdine (DHEPT), N-(2-
10 hydroxyethyl)-N-methyl-para-toluïdine, para-toluïdine ethoxylaate (PTE), 2-(4-dimethylaminophenyl)ethanol (DMAPEA), 1,1'-(p-tolylimino)dipropaan-2-ol, 2,4,6-tris(dimethylaminomethyl)fenol, 2-[(dimethylamino)methyl]fenol, N,N-diethyl aniline, dimethylethanolamine, 2-diethylamino-ethanol, bis-(2-dimethylaminoethyl)ether, pentamethyldiethylenetriamine, N,N,N',N'',N''-
15 pentamethyl-dipropyleenetriamine, N-ethylmorpholine, N-methylmorpholine, 2,2'-dimorpholinodiethylether, 4-(2-Hydroxyethyl)morpholine, dimethylpiperazine, 4-(dimethylamino)benzyl alcohol, 4-dimethylaminobenzyl methacrylaate, 4-(dimethylamino)fenylethaan zuur, 2-ethylhexyl 4-(dimethylamino)benzoate, ethyl 4-
20 (dimethylamino)benzoate, 4-(N,N-dimethylamino)fenethyl alcohol en 2-(4-(Dimethylamino)fenyl)ethanol, triethanolamine en mengsels hiervan.

Als tertiair amine (E), heeft een aromatisch tertiair amine de voorkeur. In het aromatisch tertiair amine, heeft een aromatisch tertiair amine dewelke tenminste één aromatische restgroep heeft die
25 rechtstreeks gebonden is op een stikstof atoom de voorkeur. Als aromatisch tertiair amine, N,N-Dimethyl-p-toluïdine, N,N-dimethyl aniline, N,N-diethyl-p-toluïdine, N-(2-hydroxyethyl) N-methyl-p-toluïdine, N,N-di(2-hydroxyethyl)-p-toluïdine, of N,N-di(2-hydroxypropyl)-p-toluïdine; of een ethyleen oxide adduct of een propyleen oxide adduct op N,N-di(2-
30 hydroxyethyl)-p-toluïdine, of een ethyleen oxide adduct of een propyleen

oxide adduct op N,N-di(2-hydroxypropyl)-p-toluidine kan worden gebruikt.

Voorts, is het aromatisch tertiair amine niet gelimiteerd tot een para gesubstitueerd component maar kan het ook een ortho
5 gesubstitueerd of een meta gesubstitueerd component zijn.

Als tertiair aromatisch amine hebben, N,N-dimethyl-p-toluidine, N,N-diethyl-p-toluidine, N,N-di(2-hydroxyethyl)-p-toluidine, of N,N-di(2-hydroxypropyl)-p-toluidine de voorkeur gezien hun reactiviteit en gunstige invloed op het harden van de samenstelling.

10 De voorkeur dragende versnellers zijn N,N-dihydroxyethyl-p-toluidine (DHEPT) en para-toluidine ethoxylate (PTE). Deze zijn gekozen voor hun lage toxiciteit, geringe geurhinder en een voldoende snelle werking in combinatie met de voorkeur dragende radicale initiatoren, zoals benzoyl peroxide (BPO). Merk op dat de eventuele versneller
15 aanwezig op de granulaten als component C1, chemisch niet identiek hoeft te zijn aan de eventuele versneller aanwezig in component C2.

De component C2 wordt gewoonlijk gebruikt in een hoeveelheid in het bereik van 0,1 tot 10 m%, bij voorkeur van 0,5 tot 6 m% op basis van de totale massa van de mengsel van het vloeibare hars. De
20 effectieve hoeveelheid dient zodanig gekozen te worden zodat na het aanbrengen van de granulaten een zuurstofbarrière gevormd wordt na beperkte reactie ten gevolge van polymerisatie binnen 30 min na aanbrengen van de granulaten, bij voorkeur binnen de 10 min.-Daarnaast dient de concentratie zodanig te worden gekozen dat de coating een
25 verwerkingstijd (=de tijd die men heeft om de coating aan te brengen alvorens de granulaten dienen te worden verdeeld over het vloeistofoppervlak) heeft van enkele minuten tot uren, bij voorkeur tussen de 5 min tot 200 min, nog meer bij voorkeur tussen de 5 min en 60 min, het liefst tussen 5 min en 30 min.

In een voorkeur dragende uitvoeringsvorm van de onderhavige uitvinding, in het mengsel van ten minste één vinylgroep bevattend monomeer, polymeer of oligomeer, zijn ten minste 40 massa% van de (co)monomeren (M)A gebaseerd, bijvoorbeeld esters van acrylzuur of methacrylzuur.

Inderdaad, zijn esters van acrylzuur of methacrylzuur geschikt voor het gebruik in combinatie met de granulaten/instrooikorrels. Voor het verkrijgen van een geuremissie-arme coating kunnen alleen die met een voldoende lage dampdruk bij kamertemperatuur worden overwogen. Bij voorkeur heeft het vloeibare hars een dampdruk lager dan 0.1 kPa bij 20°C, nog meer bij voorkeur lager dan 0.05 kPa bij 20°C, en nog liever lager dan 0.01 kPa bij 20°C.

Het zelf regulerende proces tegen zuurstofinhibitie is echter niet gelimiteerd door dampdruk of kookpunt van de gebruikte monomeren.

Voorbeelden van acrylaten die kunnen worden gebruikt binnen de beschermingsomvang van de uitvinding zijn, maar zijn niet beperkt tot, alkylacrylaten zoals bis-2-methylacrylaatzuurester (isocrotonzuurester), trans-2-methylacrylzuurester (isocrotonzuurester); arylacrylaten zoals gesubstitueerde benzylacrylaten; of onverzadigde alkylacrylaten zoals bijvoorbeeld allylacrylaat.

Methacrylaten die kunnen worden gebruikt in het kader van de uitvinding omvatten, maar zijn niet beperkt tot, alkylmethacrylaten afgeleid van verzadigde alcoholen zoals isopropylmethacrylaat, propylmethacrylaat, n-butylmethacrylaat, tert-butylmethacrylaat, n-hexylmethacrylaat, n-octylmethacrylaat, n-decylmethacrylaat, isooctylmethacrylaat, tetradecylmethacrylaat, enz. ; alkylmethacrylaten afgeleid van onverzadigde alcoholen zoals oleylmethacrylaat, 2-propynylmethacrylaat, allylmethacrylaat, vinylmethacrylaat, enz. ; amiden en nitrillen van methacrylzuur zoals, maar niet beperkt tot, N-

(methylaminopropyl) methacrylamide, N- (diethylfosfono)
 methacrylamide, 1-methacryloylamido-2-methyl-2-propanol, N- (3-
 dibutylaminopropyl) methacrylamide, Nt -butyl-N- (diethylfosfono)
 methacrylamide, N, N-bis (2-diethylaminoethyl) methacrylamide, 4-
 5 methacryloylamido-4-methyl-2-pentanol, methacryloylamido-acetonitril,
 N- (methoxymethyl) methacrylamide, N- (2-hydroxyethyl)
 methacrylamide, N-acetylmethacrylamide, N- (dimethylaminoethyl)
 methacrylamide, N-methyl-N-fenylmethacrylamide, N, N-
 dimethylmethacrylamide, N-methylmethacrylamide, N, N-
 10 dimethylmethacrylamide, N-isopropylmethacrylamide;
 aminoalkylmethacrylaten zoals tris (2-methacryloxyethyl) amine, N-
 methylformamidoethylmethacrylaat, 3-diethylaminopropylmethacrylaat,
 2-ureidoethylmethacrylaat; andere stikstofbevattende methacrylaten
 zoals N- (methacryloyloxyethyl) diisobutylketimine, 2-
 15 methacryloyloxyethylmethylcya- mide, cyanomethylmethacrylaat;
 arylmethacrylaten zoals nonylfenylmethacrylaat, benzylmethacrylaat,
 fenylmethacrylaat, waarbij de arylrest in elk geval gesubstitueerd kan zijn;
 carbonyl-bevattende methacrylaten zoals 2-carboxyethylmethacrylaat,
 carboxymethylmethacrylaat, N- (2-methacryloyloxyethyl) -2-pyrrolidinon,
 20 N- (3-methacryloyloxypropyl) -2-pyrrolidinon, N-methacryloylmorfoline,
 oxazolidinylethylmethacrylaat, N- (methacryloyloxy) formamide,
 acetonylmethacrylaat, N-methacryloyl-2-pyrrolidinon;
 cycloalkylmethacrylaten zoals 3-vinylcyclohexylmethacrylaat, 3,3,5-
 trimethylcyclohexylmethacrylaat, bornylmethacrylaat, cyclopenta-2,4-
 25 dienylmethacrylaat, isobornylmethacrylaat, 1-
 methylcyclohexylmethacrylaat; glycoldimethacrylaten zoals 1,4-
 butaandiolmethacrylaat, methyleenmethacrylaat, 1,3-
 butaandiolmethacrylaat, triethyleenglycolmethacrylaat, 2,5-dimethyl-
 1,6-hexaandiolmethacrylaat, 1,10-decaandiolmethacrylaat, 1,2-
 30 propaandiol methacrylaat, diethyleenglycolmethacrylaat,

ethyleenglycolmethacrylaat; hydroxyalkylmethacrylaten zoals 3-
 hydroxypropylmethacrylaat, 3,4-dihydroxybutylmethacrylaat, 2-
 hydroxyethylmethacrylaat, 2-hydroxypropylmethacrylaat;
 methylacrylaten van etheralcoholen zoals
 5 tetrahydrofurfurylmethacrylaat, vinyloxyethoxyethylmethacrylaat,
 methoxyethoxyethylmethacrylaat, 1-butoxypropylmethacrylaat, 1-
 methyl- (2-vinyloxy) ethylmethacrylaat,
 cyclohexyloxymethylmethacrylaat, methoxymethoxyethylmethacrylaat,
 benzyloxymethylmethacrylaat, furfurylmethacrylaat, 2-
 10 butoxyethylmethacrylaat, 2 -ethoxyethoxymethylmethacrylaat, 2-
 ethoxyethylmethacrylaat, allyloxymethylmethacrylaat, 1-
 ethoxybutylmethacrylaat, methoxymethylmethacrylaat, 1-
 ethoxyethylmethacrylaat, ethoxymethylmethacrylaat; methacrylaten
 van gehalogeneerde alcoholgroepen zoals 2,3-
 15 dibroompropylmethacrylaat, 4-broomfenylmethacrylaat, 1,3-dichloor-2-
 propylmethacrylaat, 2-broomethylmethacrylaat, 2-
 joodethylmethacrylaat, chloormethylmethacrylaat;
 oxiranylmethacrylaten, zoals 10,11-epoxyundecylmethacrylaat, 2,3-
 epoxycyclohexylmethacrylaat, 2,3-epoxybutylmethacrylaat, 3,4-
 20 epoxybutylmethacrylaat, glycidylmethacrylaat; fosfor-, borium- en / of
 siliciumbevattende methacrylaten zoals 2- (dibutylfosfono)
 ethylmethacrylaat, 2,3-butyleenmethacryloylethylboraat, 2-
 (dimethylfosfaat) propylmethacrylaat,
 methyldiethoxymethacryloylethoxysilaan, 2- (ethyleenfosfite)
 25 propylmethacrylaat, dimethylfosfinomethylmethacrylaat,
 dimethylfosfonoethylmethacrylaat, diethylmethacryloylfosfonaat,
 diethylfosfatethylmethacrylaat, dipropylmethacryloylfosfaat;
 zwavelbevattende methacrylaten zoals ethylsulfinylethylmethacrylaat, 4-
 thiocyanatobutylmethacrylaat, ethylsulfonylethylmethacrylaat,
 30 thiocyanatomethylmethacrylaat, methylsulfinylmethylmethacrylaat, bis

(methacryloyloxyethyl) sulfide; trimethacrylaten zoals trimethyloxypropaan trimethacrylaat.

De aangegeven verbindingen kunnen ook als comonomere-mengsels worden gebruikt. Methacrylaten en acrylaten waarbij de
5 alcoholrest 3 tot 5 koolstofatomen bevat, hebben de voorkeur.

In het bijzonder geprefereerde (meth) acrylaten omvatten, maar zijn niet beperkt tot, triethyleenglycoldimethacrylaat, dipropyleenglycol diacrylaat, 1,4-butaandiol dimethacrylaat, hexaandiol diacrylaat, 1,4-butaandiol dimethacrylaat, hexaandiol diacrylaat, 1,4-
10 butaandiol dimethacrylaat, hexaandiol diacrylaat, 1,4-butaandiol dimethacrylaat, hexaandiol diacrylaat, 1,4-butaandiol dimethacrylaat, ethyleen (glycol) dimethacrylaat, geëthoxyleerd bisfenol A dimethacrylaat, geëthoxyleerd bisfenol A diacrylaat, laurylacrylaat, dodecylacrylaat, laurylmethacrylaat, stearylmethacrylaat,
15 octadecylmethacrylaat, tetradecylacrylaat, ethyltriglycolmethacrylaat, butyl diglycol methacrylaat, isodecylmethacrylaat, decylmethacrylaat, isodecylmethacrylaat, isobornylmethacrylaat, 2-propylheptylacrylaat, dihydrodicyclopentadienyl acrylaat, cyclisch trimethyloxypropaan formeel acrylaat, 2-ethylhexylmethacrylaat, 2-fenoxy ethylacrylaat, fenol (EO)
20 acrylaat, 2-ethylhexylacrylaat, benzylmethacrylaat, cyclohexylmethacrylaat, hydroxypropylmethacrylaat, butaandiol monoacrylaat, dimethylaminoethylacrylaat, hydroxyethylmethacrylaat, isobutyl acrylaat, tertiairybutyl acrylaat, glaciaal methacrylzuur, dodecylacrylaat, stearylmethacrylaat, octadecylmethacrylaat,
25 gepropoxyleerd 3,5-glyceryltriacrylaat, benzylmethacrylaat, 2-dimethylaminoethylmethacrylaat, isobornylacrylaat, isobutylmethacrylaat, n-butylmethacrylaat en mengsels hiervan.

Bovendien kan het vloeibaar hars ook andere comonomeren bevatten die kunnen worden gecopolymeriseerd met de hierboven

aangegeven (meth)acrylaten. Deze omvatten, maar zijn niet beperkt tot, een vinylester, vinylchloride, vinylideenchloride, vinylacetaat, styreen, een gesubstitueerd styreen met een alkylsubstituent in de zijketen, zoals *o*-methylstyreen. Gesubstitueerde styrenen met een alkylsubstituent op de
5 ring zoals vinyltolueen en *p*-methylstyreen, gehalogeneerde styrenen zoals een monochloorstyreen, een dichloorstyreen, een tribroomstyreen en een tetrabroomstyreen; een vinyl- en isopropenylether, een maleïnezuurderivaat zoals maleïnezuuranhydride, methylmaleïnezuuranhydride, maleïne-imide, methylmaleïne-imide,
10 fenylmaleïne-imide en cyclohexylmaalzuurimide; en dienen, zoals bijvoorbeeld 1,3-butadieen en divinylbenzeen.

Het vloeibare hars bevat bij voorkeur ook polymeren of oligomeren, bijvoorbeeld gebaseerd op acrylische monomeren maar daar niet toe beperkt. Deze polymeren verlagen de krimp van de coating
15 tijdens het uitharden. Daarnaast kunnen ze ook de mechanische eigenschappen verbeteren. De polymeren kunnen ook gebruikt worden om de viscositeit van het vloeibare hars te verhogen. In een voorkeur dragende uitvoeringsvorm is er 5 tot 30% m ,op de totale massa van het vloeibare hars, polymeer aanwezig in het vloeibare hars. Merk wel op dat
20 de aanwezigheid van polymeer niet noodzakelijk is voor het tegenaan van zuurstof inhibitie in het zelf regulerende proces. Het proces laat met andere woorden toe om ook een coatingformulatie te maken waar geen of weinig polymeren of oligomeren in aanwezig zijn, waardoor het vloeibare hars een lagere viscositeit kan hebben dan de bestaande
25 formulaties gebaseerd op vluchtige monomeren.

Bij voorkeur, volgens de onderhavige uitvinding, bevat het basis coat kit, bij voorkeur het vloeibar hars verder één of meer conventionele additieven, bijvoorbeeld een antistatisch middel, een antioxidant, een bio stabilisator, antibacteriële middelen, een chemisch
30 blaasmiddel, een vlamvertrager, een smeermiddelstroomverbeteraar,

een glijmiddel, een inhibitor, een licht stabiliserend glansmiddel, een UV stabilisator, een organisch fosfaat, een olie, een pigment, een verbeteraar van de slagsterkte, een versterkingsmiddel, een versterkende vezel, een sedimentatie middel, een verweringsbeschermingsmiddel of een weekmaker. Bij voorkeur echter géén oplosmiddelen of solventen, bv. vluchtige oplosmiddelen die worden verwijderd door verdamping tijdens of na de applicatie en vóór of tijdens het uitharden.

In een voorkeur dragende uitvoeringsvorm van de uitvinding, bevat de basecoat kit ook ten minste één vulstof met een hoeveelheid van 2 tot 4,5 maal de massa van het mengsel van het vloeibare hars. bijvoorbeeld kwarts, bariumsulfaat, calciumcarbonaat, dolomiet veldspaat, mica, glaspoeeder, talk, cristobalite, silica,.... Deze vulstof kan als aparte component in de basecoat kit voorzien worden of vooraf gemengd zijn met het vloeibare hars. Het gebruik van een vulstof is in het bijzonder aangewezen wanneer de laagdikte van de beoogde coating groter is dan 1mm. Een vulmiddel maakt de coating in het bijzonder goedkoper. Er zijn echter ook verschillende technische voordelen. Zo is een vulmiddel niet reactief, en zal dit dus ook niet uitzetten bij reactie. Zo zal de krimp in de coating beperkt worden. Verder zal het vulmiddel ook de reactiewarmte gedeeltelijk opnemen. Dit is voordelig voor het beheersen van de polymerisatiekinetiek. Het gebruik van een geschikte vulstof is dus wenselijk.

In een voorkeur dragende uitvoeringsvorm, zijn de samengestelde apolaire granulaten, het vloeibare hars, de vulstof en de initiator van de component C2 elk apart verpakt. De accelerator van de component C2 wordt indien aanwezig bij voorkeur ingemengd, op de werf of niet, in het vloeibare hars.

De coating formulatie kit volgens de onderhavige uitvinding bevat bij voorkeur verder nog een extra kit gekozen uit een primer kit, een topcoating kit en de combinatie van beiden.

Andere uitvoeringsvormen van de vloercoating formulatie kit volgens de onderhavige uitvinding worden vermeld in de conclusies

In een vierde aspect, omvat de uitvinding een proces voor het aanbrengen van een coating op een oppervlak. De coating bevat
5 granulaten en een vloeibaar hars met een minder uitgesproken geur, minder toxiciteit, een verminderde ontvlambaarheid, snellere uitharding en een betere balans tussen werktijd en uithardingstijd. Deze verbeteringen kunnen worden gevonden in de coating formulaties van de onderhavige uitvinding samen met de duurzame en efficiënte
10 productie van coatingfilms met goede chemische en fysische eigenschappen.

Het proces van de onderhavige uitvinding is een zelfregulerend proces ter verhindering van zuurstofinhibitie bij radicalaire polymerisatie tijdens het aanleggen van koud uithardende coatings ter
15 bekleding van bouwelementen.

Daartoe omvat de onderhavige uitvinding een proces voor het aanbrengen van een op radicalaire ketengroeipolymerisatie gebaseerde coating formulatie kit volgens de uitvinding op een oppervlak, omvattende de volgende stappen:

- 20 (i) het mengen van componenten van de basis coat kit
(ii) het aanbrengen van de basis coat op de oppervlak,
(iii) verdelen van ten minste één granulaat (i) of (ii) volgens de onderhavige uitvinding over het oppervlak van het reeds aangebrachte basiscoatmengsel, en
25 (iv) het harden van de basiscoat voor de vorming van de coating op een oppervlak.

Om zuurstofinhibitie en dus vroegtijdige beëindiging van het koud harden tegen te gaan dient de formulatie aangebracht te worden volgens volgende werkwijze.

De componenten van het base coat worden met elkaar gemengd. Afhankelijk van de grote van deze mengeling dient hiervoor het gepaste instrument gebruikt te worden.

5 Bij voorkeur, de oppervlak een ondergrond is en waarin het aanbrengen binnen de 60 min vanaf het mengen van componenten van de basis coat kit, op een dikte van 0,2 tot 10mm gebeurt.

Eens componenten van de base coat gemengd zijn, dient dit mengsel binnen de 2 uur aangebracht te worden op het te bekleden bouwoppervlak. De laagdikte varieert afhankelijk van het type
10 bouwelement en de beoogde toepassing, maar bevindt zich bijvoorbeeld tussen 0.2 en 10 mm.

Bij voorkeur, de eventuele onbedekte delen van het oppervlak niet groter zijn dan 3mm² bij voorkeur kleiner dan 1mm².

Eens het mengsel is aangebracht op het te bekleden
15 bouwoppervlak dienen de granulaten volgens de onderhavige uitvinding binnen de 2 uur aangebracht te worden aan het oppervlak van de coating dat in contact staat met de lucht. Dit kan zowel met de hand als machinaal gebeuren. Belangrijk is echter dat het oppervlak voldoende uitvoerig bedekt is met instrooikorrels, met eventuele onbedekte delen
20 niet groter dan 3 mm².

Eens het oppervlak voldoende bedekt is met de composiet granulaten volgens de onderhavige uitvinding treedt een zelfregulerend proces in werking in het kader van het minimaliseren van zuurstofinhibitie. De component C1 beschikbaar op de composiet granulaten die aan het
25 oppervlak aanwezig is leidt tot snelle reactie met de component C2 aanwezig in het mengsel van de base coat.

De concentraties van de component C1 op de composiet granulaten volgens de onderhavige uitvinding en de component C2 in

het mengsel van de basecoat kunnen zodanig bepaald te worden dat een vaste polymeerfilm gevormd wordt aan het oppervlak. Dit leidt tot een afsluitende oppervlaktelaag, waardoor zuurstofinhibitie tegengehouden wordt op een andere procesmethode dan diegene
5 voor formulaties met volatiele monomeren en eventueel paraffine.

Zoals voordien vermeld werd, zijn de volgende mogelijkheden voorzien:

Component C1 omvat ten minste één versneller, component C2 omvat ten minste één initiator, component C1 en component C2
10 samen omvatten ten minste één initiator en één versneller.

Component C1 omvat ten minste één initiator, component C2 omvat ten minste één versneller, component C1 en component C2 samen omvatten ten minste één initiator en één versneller.

Component C1 omvat een versneller en een initiator, en
15 component C2 kan ook een additionele versneller of een additionele initiator omvatten.

Dit zelfregulerende proces volgens de onderhavige uitvinding maakt dus geen gebruik van de verdamping van volatiele monomeren of solventen om een zuurstofbarrière te vormen, bijgevolg laat dit toe om
20 een veel breder bereik aan monomeren evenals ook monomeer/polymeer en monomeer-oligomeer mengsels te gebruiken als mengsel van ten minste één vinylgroep bevattend monomeer, polymeer of oligomeer. Vermits de vluchtigheid van de monomeren in het mengsel van ten minste één vinylgroep bevattend monomeer, polymeer of
25 oligomeer geen nodige voorwaarde is voor dit nieuw proces kan de selectie van de monomeren in het mengsel van ten minste één vinylgroep bevattend monomeer, polymeer of oligomeer gebeuren op basis van andere criteria zoals, geur, prijs, toxiciteit, mechanische eigenschappen

van de te verkrijgen coating, zonder dat de coating een kleverig oppervlak heeft ten gevolge van zuurstofinhibitie.

5 In een voorkeur dragende uitvoeringsvorm van de uitvinding, omvat het proces voor stap (i) het aanbrengen van een primer op de oppervlak.

In een andere voorkeur dragende uitvoeringsvorm van de uitvinding, omvat het proces na stap (iv), het aanbrengen van een topcoat.

10 Andere uitvoeringsvormen van het proces volgens de onderhavige uitvinding zijn vermeld in de conclusies

In een vijfde aspect, omvat de uitvinding een toepassing van een granulaat volgens de onderhavige uitvinding, in een radicalaire ketengroepolymerisatie gebaseerde coating formulatie, bij voorkeur voor vloercoating.

15 Andere uitvoeringsvormen van de toepassing volgens de onderhavige uitvinding zijn vermeld in de conclusies

Andere karakteristieken en voordelen van de onderhavige uitvinding zullen worden afgeleid van de non-limitatieve beschrijving en door het verwijzen naar de figuren en voorbeelden.

20 **Figuur.-**

De enige Figuur is een schematisch overzicht van het zelfregulerend proces volgens de onderhavige uitvinding ter vermindering van zuurstofinhibitie bij radicalaire polymerisatie tijdens het aanleggen van koud uithardende coatings ter bekleding van bouwelementen.

25 In de figuur, zijn dezelfde referentie nummers toegewezen aan hetzelfde of eenzelfde element.

Zoals kan worden afgeleid van de figuur, betreft de onderhavige uitvinding een proces voor het aanbrengen van een coating 7 op een ondergrond. De coating 7 bevat granulaten 1 en een

vloeibaar hars 4 met een minder uitgesproken geur, minder toxiciteit, een verminderde ontvlambaarheid, snellere uitharding en een betere balans tussen werktijd en uithardingstijd. Deze verbeteringen kunnen worden gevonden in de coating formulaties 7 van de onderhavige uitvinding samen met de duurzame en efficiënte productie van coatingfilms met goede chemische en fysische eigenschappen.

1. Granulaat 1 voor een op radicalaire ketengroepolymerisatie gebaseerde coating formulatie 7 geschikt om inhibitie 2 van harspolymerisatie door omgevingslucht te voorkomen, omvattend ten minste een granulaat 1 dewelke een gemiddelde partikel grootte d50 heeft tussen 0.1 en 2 mm, gekozen in de groep bestaande uit (i) apolaire granulaten 1 welke een contacthoek heeft van 95 ° of meer, wanneer deze gemeten wordt volgens de ISO15989:2004 standaard, ten minste gedeeltelijk gecoat met ten minste één component C1 zijnde een versneller en/of initiator, waarin de hoeveelheid aan component C1 zich tussen 0,2 en 5 g/m² apolair granulaat oppervlakte bedraagt of (ii) granulaten 1 gecoat met ten minste één component C1 zijnde een versneller en/of initiator, waarin de hoeveelheid aan component C1 voldoende is om geschikt te zijn om een harspolymerisatie toe te laten die sneller gebeurt dan de inhibitie door omgevingsomstandigheden

Zoals men kan zien volgens de onderhavige uitvinding, is het mogelijk om ten minste een deel van de vooropgestelde nadelen op te lossen door het beschikbaar maken van een granulaat 1 welk gebruikt kan worden met verschillende hars formulaties, dewelke bijdraagt tot het verminderen van geur en volatiele organische componenten samen met het vereenvoudigen van de applicatie van de vloercoating formulatie.

2. Zoals men kan zien, heeft het granulaat volgens de onderhavige uitvindingen een contacthoek van 35° of meer, bij voorkeur van 55° of meer wanneer gemeten met water volgens de DIN 55660-2:2011-12 standaard, dewelke zorgt voor een polariteitsverschil met de

verschillende soorten harsen en het aanbrengen makkelijker maakt; of is het granulaat gecoat 1 met ten minste één component C1 zijnde een versneller en/of initiator, waarin de hoeveelheid aan component C1 voldoende is om geschikt te zijn om een harspolymerisatie toe te laten die
5 sneller gebeurt dan de inhibitie door omgevingsomstandigheden 2.

Het apolair granulaat bevat ten minste apolaire korrels en/of ten minste granulaat deeltjes dewelke minstens deels gecoat zijn met een apolaire samenstelling zoals parafine of was.

De component C2 wordt gewoonlijk gebruikt in een
10 hoeveelheid in het bereik van 0,1 tot 10 m%, bij voorkeur van 0,5 tot 6 m% op basis van de totale massa van de mengsel van het vloeibare hars. De effectieve hoeveelheid dient zodanig gekozen te worden zodat na het aanbrengen van de granulaten een zuurstofbarrière gevormd wordt na beperkte reactie ten gevolge van polymerisatie binnen 30 min na
15 aanbrengen van de granulaten, bij voorkeur binnen de 10 min.-Daarnaast dient de concentratie zodanig te worden gekozen dat de coating een verwerkingstijd (=de tijd die men heeft om de coating aan te brengen alvorens de granulaten dienen te worden verdeeld over het vloeistofoppervlak) heeft van enkele minuten tot uren, bij voorkeur
20 tussen de 5 min tot 200 min, nog meer bij voorkeur tussen de 5 min en 60 min, het liefst tussen 5 min en 30 min.

Wanneer de component C2 ten minste één initiator bevat, dan wordt deze bij voorkeur gekozen uit de groep bestaande peroxiden zoals een ketonperoxide, een diacylperoxide, een per-ester, een per-
25 ketaal, en bij meer voorkeur dibenzoylperoxide en dilauroyl peroxide die een vorm van weekmaker kan bevatten, en een mengsel van deze.

Wanneer de Component C2 ten minste één versneller bevat, dan wordt deze bij voorkeur gekozen uit de amine groep, meer bij voorkeur tertiaire aminen of ammoniumzouten en mercaptanen.

Inderdaad, met bekende coating formulaties, wanneer de vloercoating aangebracht word op een reeds bestaande ondergrond, is de eerste stap het mengen van de verschillende componenten van het hars en het aanbrengen van het mengsel onder de vorm van een laag 4 op de bestaande ondergrond. Het mengsel van de verschillende componenten kan ook een vulstof bevatten of de vulstof kan aangebracht worden op de harslaag. Nadien wordt het granulaat aangebracht in de vorm van een granulaat laag 5, dewelke niet alleen zo goed mogelijk moet worden aangebracht, maar ook voldoende snel om de polymerisatie van het hars en de inhibitie van polymerisatie door contact met de omgevingslucht 2 te voorkomen. Anders resulteert dit in een zeer plakkerig en kwetsbaar oppervlak. Het begin van polymerisatie start aan het interface tussen de omgeving en de hars en vormt een hardende laag 6

VOORBEELDEN 1 TOT 9.-

De start grondstof granulaten van voorbeelden 1 tot 7 (zie onderstaande tabel 1) worden onder continue mengen voorverwarmd van 60° C tot 100 °C. Eens op temperatuur werd hieraan het hydrofoob additief toegevoegd (indien aanwezig in de formulatie). Nog steeds onder continue mengen werd hierna de component C1 toegevoegd. Uiteindelijk werd, nog steeds onder continu mengen, een droogstof toegevoegd. Dit werd, onder continu mengen, afgekoeld tot kamertemperatuur.

De grondstof granulaten van voorbeeld 8 worden niet voorverwarmd om de initiator niet vroegtijdig te laten ontbinden in radicalen. Onder continue mengen werd hierna de component C1 toegevoegd (in dit geval de initiator). Nog steeds onder continue mengen wordt de waterglas binder toegevoegd. Het mengsel blijft mengen tot het water grotendeels verdampt is en de granulaten niet meer aan elkaar kleven.

De grondstof granulaten van voorbeeld 9 worden bij kamertemperatuur met elkaar gemend tot een homogeen mengsel bekomen wordt.

Tabel 1.-

	<u>Grondstof Granulaten</u>	<u>Hydrofoob additief</u>	<u>C1: versneller of initiator</u>	<u>Droogstof</u>	<u>Contact hoek*</u>	<u>Binder</u>
Vb1	Kwarts grind met 90% van alle korrel diameters tussen de 0.4 en 0.8mm	0.5m% Parafine met smeltpunt 52°C	0.4m% DHEPT (N, N-bis (2-hydroxyethyl) -p-toluidine)	0.7m% Fumed silica	>50°	/
Vb 2	Kwarts grind met 90% van alle korrel diameters tussen de 0.8 en 1.2 mm	0.24m% Parafine met smeltpunt 52°C	0.24m% DHEPT (N, N-bis (2-hydroxyethyl) -p-toluidine)	0.24m% Fumed silica	>50°	/
Vb 3	Epoxy gekleurd Kwarts grind met 90% van alle korrel diameters tussen de 0.4 en 0.8mm	0.5m% Parafine met smeltpunt 52°C	0.4m% DHEPT (N, N-bis (2-hydroxyethyl) -p-toluidine)	0.7m% Fumed silica	>50°	/
Vd 4	Kwarts grind met 90% van alle korrel diameters tussen de 0.4 en 0.8mm	0.5m% Parafine met smeltpunt 52°C	0.8m% PTE (para-Toluidine, Ethoxylated)	0.7m% Fumed silica	>50°	/
Vb5	Silicium carbide met 90% van alle korrel diameters tussen de 0.6 en de 1mm	0.5m% Parafine met smeltpunt 52°C	0.4m% DHEPT (N, N-bis (2-hydroxyethyl) -p-toluidine)	0.7m% Fumed silica	>50°	/
Vb 6	Kwarts grind met 90% van alle korrel diameters tussen de 0.4 en 0.8mm	/	3 m% DHEPT	0.7m% Fumed silica	<1°	/

Vb 7	Ultra Hoge densiteit polyethylene korrels met 90% van alle korrel diameters tussen de 0.4 en 0.8 mm	/	1.58m% DHEPT (N, N-bis (2-hydroxyethyl) -p-toluidine)	0.2m% Fumed silica	>35°	/
Vb 8	Kwarts grind met 90% van alle korrel diameters tussen de 0.4 en 0.8mm	/	2,3 m% component bevattend 50m% Dibenzoyl peroxide met dicyclohexyl phthalate en silica)	/	<1°	1,5m% water-glasoplossing (CAS 1344-09-8)
Vb 9	80m% granulaten uit vb 3 + 20m% Epoxy gekleurd Kwarts grind met 90% van alle korrel diameters tussen de 0.4 en 0.8mm	/	/	/		/

* gemeten volgens DIN 55660-2:2011-12

VOORBEELDEN 10 - 16: vloercoating formulatie kit voor gebruik bij 20C°

6 vloercoating formulatie kisten werden bereid. Ze bestaan uit

5 4 componenten:

a) een vloeibaar hars, bereid door middel van mengen tot een homogeen mengsel bekomen wordt:

98.9m% DPGDA

0.1m% versneller, namelijk DHEPT

10 0.5m% CABOSIL TS 720 (anti sedimentatie additief)

b) een vulstof:

300m% tov het vloeibare hars kwartsmeel M4 van firma Sibelco

c) een initiator:

15 4m% tov het vloeibare hars bevattend 50m% Dibenzoyl peroxide met dicyclohexyl phthalate en silica)

d) een specifiek granulaat volgens voorbeelden 1-5 en volgens voorbeeld 9. The granulaat was gebruik aan 3 kg/m² vloeroppervlak.

20 De vloercoat was bereid volgens de proces van de uitvinding, concreet werd er eerst een mengsel gemaakt van de componenten 5kg van component a, 15kg component b en 0.2kg van component c. dit gebeurde door deze componenten samen te voegen in een emmer en gedurende 2 min te mengen met een boormachine met
25 verfmenger. Vervolgens werd dit mengsel uitgegoten op het te coaten oppervlak, in dit geval een betonnen vloer waarop reeds een epoxy primer werd aangebracht. Vervolgens werd het mengsel binnen de 15min vlak gestreken met een spaan, hierbij werd er voor gezorgd dat de totale dikte van de aangebrachte laag tussen de 3 en de 4 mm bedraagt.
30 Vervolgens werd het mengsel met de hand bedekt (ingestrooid) met

component D, tijdens het bedekken (instrooien) werd er 3kg granulaat per m² coating oppervlak aangebracht. Dit is ruim voldoende om er voor te zorgen dat er geen onbedekte delen zijn groter dan 1mm². Vervolgens werd er 1 uur gewacht waarna kon worden vastgesteld dat de coating is uitgehard zonder kleverig oppervlak. Als laatste kunnen de nog los liggende granulaten (de overmaat) worden verwijderd met een borstel of stofzuiger. Indien gewenst kan de coating nog verder afgewerkt worden met een topcoat in dit geval werd een topcoat op basis van epoxy hars gebruikt.

VOORBEELDEN 17-22.- vloercoating formulatie voor gebruik bij 20C°

6 vloercoating formulatie kisten werden bereid. Ze bestaan uit 4 componenten:

a) een vloeibaar hars, bereid door middel van mengen tot homogeen mengsel bekomen wordt:

i. 98.9m% BDGMA

i. 0.1m% versneller, namelijk DHEPT

b. 0.5m% CABOSIL TS 720 (anti sedimentatie additief)

b) een vulstof: 300m% tov het vloeibare hars kwartsmeel M4 van firma Sibelco

c) een initiator: 4m% tov het vloeibare hars bevattend 50m% Dibenzoyl peroxide met dicyclohexyl phthalate en silica)

d) een specifiek granulaat volgens voorbeelden 1-5 en volgens voorbeeld 9. The granulaat was gebruik aan 3 kg/m² vloeroppervlak

De vloercoat was bereid volgens de proces van de uitvinding op een laagdikte van 4mm en hardend in minder dan 60 min, zonder kleverig oppervlak

VOORBEELD 23 - 29.- vloercoating formulatie voor gebruik bij 20C°

6 vloercoating formulatie kitten werden bereid. Ze bestaan uit 4 componenten:

a) een vloeibaar hars, bereid door middel van mengen tot homogeen mengsel bekomen wordt:

5 64.9m% DPGDA,
 20m%HEMA,
 15m% polyvinylacetaat (lage moleculaire massa),
 0.1m% DHEPT en
 0.3m% CABOSIL TS 720 (anti sedimentatie additief)

10 b) een vulstof: 200m% tov het vloeibare hars kwartsmeel M4 van firma Sibelco

c) een initiator: 4m% tov het vloeibare hars bevattend 50m% Dibenzoyl peroxide met dicyclohexyl phthalate en silica

15 d) een specifiek granulaat volgens voorbeelden 1-5 en volgens voorbeeld 9. The granulaat was gebruik aan 3 kg/m² vloeroppervlak

De vloercoat was bereid volgens de proces van de uitvinding op een laagdikte van 4mm en hardend in minder dan 60 min, zonder kleverig oppervlak

20 **VOORBEELDEN 30-36.- vloercoating formulatie voor gebruik bij 20C°**

6 vloercoating formulatie kitten werden bereid. Ze bestaan uit 4 componenten:

a) een vloeibaar hars, bereid door middel van mengen tot homogeen mengsel bekomen wordt:

25 49.3m%HEMA,
 40m% eberyl 230 van leverancier allnex (PU-acrylaat)
 10m% lauryl methacrylate,
 0.2m% DHEPT
30 0,5m% CABOSIL TS 720 (anti sedimentatie additief)

- b) een vulstof: 200m% tov het vloeibare hars kwartsmeel M4 van firma Sibelco
- c) een initiator: 4m% tov het vloeibare hars bevattend 50m% Dibenzoyl peroxide met dicyclohexyl phthalate en silica
- 5 d) een specifiek granulaat volgens voorbeelden 1-5 en volgens voorbeeld 9. The granulaat was gebruik aan 3 kg/m² vloeroppervlak.

De vloercoat was bereid volgens de proces van de uitvinding op een laagdikte van 4mm en hardend in minder dan 60 min, zonder
 10 kleverig oppervlak

VOORBEELDEN 37-43.- vloercoating formulatie voor gebruik bij 20C°

6 vloercoating formulatie katten werden bereid. Ze bestaan uit
 15 4 componenten:

- a) een vloeibaar hars, bereid door middel van mengen tot homogeen mengsel bekomen wordt:

48.9m%HEMA

50 m% BDGMA

20 0.1m% DHEPT

0.5 m% CABOSIL TS 720 (anti sedimentatie additief)

- b) een vulstof: 200m% tov het vloeibare hars kwartsmeel M4 van firma Sibelco

- c) een initiator: 4m% tov het vloeibare hars bevattend 50m% Dibenzoyl peroxide met dicyclohexyl phthalate en silica

- 25 d) een specifiek granulaat volgens voorbeelden 1-5 en volgens voorbeeld 9. The granulaat was gebruik aan 3 kg/m² vloeroppervlak.

De vloercoat was bereid volgens de proces van de uitvinding op een laagdikte van 4mm en hardend in minder dan 60 min, zonder kleverig oppervlak

5 **VOORBEELDEN 44-50.- vloercoating formulatie voor gebruik bij 20C°**

6 vloercoating formulatie kisten werden bereid. Ze bestaan uit 4 componenten :

- 10 a) een vloeibaar hars, bereid door middel van mengen tot homogeen mengsel bekomen wordt:
- 59.8m% DPGDA
40m% polyvinylacetaat gekenmerkt door moleculair gewicht Mw van 150 000
0.2m% DHEPT
- 15 b) een vulstof: 100m% tov het vloeibare hars kwartsmeel M4 van firma Sibelco
- c) een initiator:8m% tov het vloeibare hars bevattend 50m% Dibenzoyl peroxide met dicyclohexyl phthalate en silica
- 20 d) een specifiek granulaat volgens voorbeelden 1-5 en volgens voorbeeld 9. The granulaat was gebruik aan 3 kg/m² vloeroppervlak.

De vloercoat was bereid volgens de proces van de uitvinding op een laagdikte van 4mm en hardend in minder dan 30 min, zonder kleverig oppervlak

25 **VOORBEELDEN 51-59.- vloercoating formulatie voor gebruik bij 20C°**

6 vloercoating formulatie kisten werden bereid. Ze bestaan uit 3 componenten:

- 30 a) een vloeibaar hars, bereid door middel van mengen tot homogeen mengsel bekomen wordt:

59.8m% DPGDA

40m% polyvinylacetaat gekenmerkt door moleculair gewicht

Mw van 150 000

0.2m% DHEPT

5 b) een initiator: 8m% tov het vloeibare hars bevattend 50m%
Dibenzoyl peroxide met dicyclohexyl phthalate en silica

c) een specifiek granulaat volgens voorbeelden 1-7 en volgens
voorbeeld 9. The granulaat was gebruik aan 3 kg/m² vloeroppervlak.

De vloercoat was bereid volgens de proces van de uitvinding
10 op een laagdikte van 1mm en hardend in minder dan 30 min, zonder
kleverig oppervlak

VOORBEELD 60.- vloercoating formulatie voor gebruik bij 20C°

Een vloercoating formulatie kit werd bereid. Ze bestaan uit 4
componenten:

15 a) een vloeibaar hars, bereid door middel van mengen tot
homogeen mengsel bekomen wordt:

55.2m% DPGDA

40m% LMA

4.8m% DHEPT

20 b) een vulstof: 250m% tov het vloeibare hars kwartsmeel M4 van
firma Sibelco

c) een initiator: 3,4m% tov de massa van het vloeibaar hars lauryl
peroxide

25 d) granulaat volgens voorbeeld 8 en was gebruikt aan 3kg/m²
vloeroppervlak.

De vloercoat was bereid volgens de proces van de uitvinding
op een laagdikte van 4mm en hardend in minder dan 60 min, zonder
kleverig oppervlak

« CONCLUSIES »

1. Granulaat voor een op radicalaire ketengroepolymerisatie gebaseerde coating formulatie, geschikt om inhibitie van harspolymerisatie door omgevingslucht te minimaliseren, 5
omvattend ten minste een granulaat dewelke een gemiddelde partikel grootte d50 heeft tussen 0.1 en 2 mm gemeten volgens ASTM C136, gekozen in de groep bestaande uit (i) apolaire granulaten welke een contacthoek met water heeft van 35 ° of meer, bij voorkeur van 55° of meer, wanneer deze gemeten wordt volgens de DIN 55660-2:2011-12
10 standaard, ten minste gedeeltelijk gecoat met ten minste één component C1 zijnde een versneller en/of radicalaire initiator, waarin de hoeveelheid aan component C1 groter dan 0,2 g/m² apolair granulaat oppervlakte bedraagt, of (ii) granulaten gecoat met ten minste één component C1 zijnde een versneller en/of radicalaire initiator, waarin de
15 hoeveelheid aan component C1 is groter dan 4g/m² ² en hun mengels.

2. Granulaat voor een op radicalaire ketengroepolymerisatie gebaseerde coating formulatie volgens conclusie 1, waarin de hoeveelheid aan component C1 van de apolaire granulaten (i) met een contacthoek met water van 35 ° of meer is kleiner
20 dan 5 g/m² apolair granulaat oppervlakte bedraagt.

3. Granulaat voor een op radicalaire ketengroepolymerisatie gebaseerde coating formulatie volgens conclusie 1 or conclusie 2, waarin de hoeveelheid aan component C1 van de granulaten (ii) is kleiner dan 10 g/m² apolair granulaat oppervlakte
25 bedraagt.

4. Granulaat voor een op radicalaire ketengroepolymerisatie gebaseerde coating formulatie volgens één van de conclusie 1 tot 3, waarin het granulaat ten minste apolaire korrels bevat

en/of ten minste granulaat partikels dewelke minstens deels gecoat zijn met een apolaire samenstelling zoals parafine of was.

5. Granulaat voor een op radicalaire ketengroeipolymerisatie gebaseerde coating formulatie volgens
 5 conclusie 4, waarbij het ten minste aanwezige granulaat een partikelgrootte d_{30} heeft tussen 0,4 en 0,8 mm en of een partikelgrootte d_{70} heeft tussen 0,8 mm en 1,2mm, gemeten door ASTM C136.

6. Granulaat voor een op radicalaire ketengroeipolymerisatie gebaseerde coating formulatie volgens
 10 conclusie 4 of 5, waarin de apolaire samenstelling zoals bijvoorbeeld paraffine of wax gekozen wordt uit een groep bestaande uit lineaire koolwaterstoffen met de algemene formule C_nH_{2n+2} , waarbij n een waarde heeft tussen 10 en 70, en een aandeel iso- en cycloalkanen / paraffinen van 0 tot 60%, microkristallijne was, carnaubawas, bijenwas,
 15 lanoline, walvisolie, een polyalkeenwas, ceresine, candelilla was, en een mengsel van deze.

7. Granulaat voor op radicalaire ketengroeipolymerisatie gebaseerde coating formulatie, volgens één van de conclusies 1 – 6, waarbij de component C1 ten minste een versneller bevat gekozen uit de
 20 amine groep, bij voorkeur tertiaire aminen of ammoniumzouten en mercaptanen, zoals bijvoorbeeld N,N-Dimethyl-p-toluïdine, N,N-dimethyl aniline, benzyldimethylamine, N,N-dihydroxyethyl-p-toluïdine (DHEPT), N-(2-hydroxyethyl)-N-methyl-para-toluïdine, para-toluïdine ethoxylaet (PTE), 2-(4-dimethylaminophenyl)ethanol (DMAPEA), 1,1'-(p-tolylimino)dipropan-
 25 2-ol, 2,4,6-tris(dimethylaminomethyl)fenol, 2-[(dimethylamino)methyl]fenol, N,N-diethyl aniline, dimethylethanolamine, 2-diethylamino-ethanol, bis-(2-dimethylaminoethyl)ether, pentamethyldiethylenetriamine, N,N,N',N'',N''-pentamethyl-dipropylenetriamine, N-ethylmorpholine, N-methylmorpholine, 2,2'-
 30 dimorpholinodiethylether, 4-(2-Hydroxyethyl) morpholine,

dimethylpiperazine, 4-(dimethylamino)benzyl alcohol, 4-dimethylaminobenzyl methacrylaat, 4-(dimethylamino)fenylethaan zuur, 2-ethylhexyl 4-(dimethylamino)benzoate, ethyl 4-(dimethylamino)benzoate, 4-(N,N-dimethylamino)fenethyl alcohol en 2-
 5 (4-(Dimethylamino)fenyl)ethanol, triethanolamine en een mengsel van bovenstaande.

8. Granulaat voor een op radicalaire ketengroeipolymerisatie gebaseerde coating formulatie volgens één van de conclusies 1-7, waarbij de component C1 ten minste één initiator
 10 bevat, dewelke bij voorkeur gekozen wordt uit de groep bestaande uit peroxiden zoals een ketonperoxide, een diacylperoxide, een per-ester, een per-ketaal, zoals methylethylketonperoxide, acetylacetonperoxide, dilauroyl peroxide, ketonperoxide, methylisobutylketonperoxide, cyclohexanonperoxide, dibenzoylperoxide, tert-butylperoxybenzooat,
 15 tert-butylperoxyisopropylcarbonaat, 2,5-bis- (2-ethylhexanoylperoxy) -2,5-dimethylhexaan, tert-butyl peroxy-2-ethylhexanoaat, tert-butyl peroxy-3,5,5-trimethylhexanoaat, 1,1-bis (tert-butyl peroxy) cyclohexaan, 1,1- bis-(tert-butylperoxy) -3,3,5-trimethylcyclohexaan, cumylhydroperoxide, tert-butylhydroperoxide, dicumylperoxide, bis- (4-tert-butylcyclohexyl)
 20 peroxidecarbonaat, en bij meer voorkeur dibenzoylperoxide en dilauroyl peroxide die een vorm van weekmaker kan bevatten, en een mengsel van deze.

9. Granulaat voor een op radicalaire ketengroeipolymerisatie gebaseerde coating formulatie volgens
 25 conclusies 1-8, waarbij het apolaire composiet granulaat verpakt is een zak, waarbij maximaal 41,5% van het volume van de zak bestaat uit lucht.

10. Granulaat voor een op radicalaire ketengroeipolymerisatie gebaseerde coating formulatie volgens conclusies 1 – 9, waarbij de granulaat partikels gekozen zijn uit kwarts,
 30 metaalcarbiden, zand, metaaldeeltjes, marmer, dolomiet, glas,

keramische materiaal of waarbij de korrels polymeer korrels zijn zoals polyethyleen, polypropyleen, polyethyleentereftalaat, poly(methylmethacrylaat), polyurethaan, natuurlijk of synthetische rubber.

5 11. Granulaat voor een op radicalaire ketengroepolymerisatie gebaseerde coating formulatie volgens één van de voorgaande conclusies 1 tot 10, waarbij het apolaire granulaat een gekleurd apolair granulaat is.

10 12. Granulaat voor een op radicalaire ketengroepolymerisatie gebaseerde coating formulatie volgens één van de voorgaande conclusies 1 tot 11, waarbij het apolair granulaat verder gecoat is met een droogstof, bij voorkeur, gekozen uit siliciumdioxide gebaseerde producten of gehydrateerde amorfe natrium aluminium silicaten, bijvoorbeeld in een hoeveelheid 0,5 tot 2 m%.

15 13. Granulaat samenstelling voor een op radicalaire ketengroepolymerisatie gebaseerde coating formulatie, omvattende ten minste één granulaat volgens één van de voorgaande conclusies 1 tot 12.

20 14. Granulaat samenstelling voor een op radicalaire ketengroepolymerisatie gebaseerde coating formulatie volgens conclusie 11, omvattende een mengsel van verschillende apolaire samengestelde granulaten.

15. Coating formulatie kit omvattende:

25 a) Ten minste één granulaat volgens een van de conclusies 1 tot 14 dewelke een gemiddelde partikel grootte d₅₀ heeft tussen 0.1 en 2 mm gemeten volgens ASTM C136

 b) Één component C1 dewelke een versneller en/of radicalaire initiator is,

30 c) Een basis coat kit, omvattende ten minste één component C2 dewelke hetzelfde is als component C1, of niet, dewelke

een initiator of versneller is, verder omvattend ten minste één vloeibaar hars, dit vloeibaar hars bestaande uit ten minste 30m% van ten minste één vinylgroep bevattend monomeer, polymeer of oligomeer of een mengsel van deze.

5 16. Coating formulatie kit volgens conclusie 15, waarbij in de onderhavige coating formulatie kit bij ten minste 0,01 tot 10m%, bijvoorbeeld van 0,01 tot 5m%, bij voorkeur van 0,05 tot 1,55m% van ten minste één versneller op basis van de massa van het vloeibare hars aanwezig is, hetzij op het apolair samengesteld granulaat of in de basis
10 coat kit of beide, verder bevattende ten minste 0,1 tot 10m%, bij voorkeur van 0,5 tot 6,5 m% van ten minste één redox-initiërende radicalaire initiator op basis van de massa van het vloeibare hars, hetzij op het granulaat (i), granulaat (ii) of in de basis coat kit of alledrie.

 17. Coating formulatie kit volgens een van de conclusies 15
15 of 16, waarin de granulaat een granulaat is volgens één van de voorgaande conclusies 1 tot 12.

 18. Coating formulatie kit volgens één van de conclusies 15 tot 17, verder omvattend, ten minste één additionele kit gekozen tussen een primer kit, een top coat kit of een combinatie van beiden.

20 19. Coating formulatie kit volgens één van de voorgaande conclusies 15 – 18, waarbij in het vloeibaar hars bevattend monomeer, polymeer of oligomeer, , ten minste 40 massa% van de (co)monomeren Acrylaat en of Methacrylaat gebaseerd zijn, bijvoorbeeld esters van acrylzuur of methacrylzuur.

25 20. Coating formulatie kit volgens één van de voorgaande conclusies 15 – 19, waarbij het vloeibaar hars een dampdruk heeft lager dan 0,1 kPa bij 20°C, bij voorkeur lager dan 0,05 kPa bij 20°C, meer bij voorkeur lager dan 0,01 kPa bij 20°C.

 21. Coating formulatie kit volgens één van de voorgaande
30 conclusies 15-20, waarbij de component C2, ten minste één initiator

bevat, welke bij voorkeur gekozen wordt uit de groep bestaande uit peroxiden, zoals een ketonperoxide, een diacylperoxide, een per-ester, een per-ketaal, zoals methylethylketonperoxide, acetylacetonperoxide, dilauroyl peroxide, ketonperoxide, methylisobutylketonperoxide, cyclohexanonperoxide, dibenzoylperoxide, tert-butylperoxybenzooat, tert-butylperoxyisopropylcarbonaat, 2,5-bis- (2-ethylhexanoylperoxy) -2,5-dimethylhexaan, tert-butyl peroxy-2-ethylhexanoaat, tert-butyl peroxy-3,5,5-trimethylhexanoaat, 1,1-bis (tert-butyl peroxy) cyclohexaan, 1,1-bis-(tert-butylperoxy) -3,3,5-trimethylcyclohexaan, cumylhydroperoxide, tert-butylhydroperoxide, dicumylperoxide, bis- (4-tert-butylcyclohexyl) peroxidecarbonaat, en meer bij voorkeur dibenzoylperoxide en dilauroyl peroxide of mengsels hiervan.

22. Coating formulatie kit volgens één van de voorgaande conclusies 15-21, waarbij het basis coat kit, bij voorkeur het vloeibaar hars, verder één of meer conventionele additieven bevat, bijvoorbeeld een antistatisch middel, een antioxidant, een biostabilisator, antibacteriële middelen, een chemisch blaasmiddel, een vlamvertrager, een smeermiddelstroomverbeteraar, een glijmiddel, een inhibitor, een licht stabiliserend glansmiddel, een UV stabilisator, een organisch fosfaat, een olie, een pigment, een verbeteraar van de slagsterkte, een versterkingsmiddel, een versterkende vezel, een sedimentatie middel, een verweringsbeschermingsmiddel of een weekmaker.

23. Coating formulatie kit volgens één van de voorgaande conclusies 15 –22, waarbij de basis coat kit verder ten minste één vulstof met een hoeveelheid van 1 tot 4 maal de massa van het vloeibare hars, bijvoorbeeld kwarts, bariumsulfaat, calciumcarbonaat, dolomiet veldspaat, mica, glaspoeder, talk cristobalite, silica,....

24. Coating formulatie kit volgens één van de voorgaande conclusies 15 – 23, waarbij het apolair samengesteld granulaat, het vloeibare hars, de vulstof en de component C2 elk apart verpakt zijn.

25. Proces voor het aanbrengen van een op radicalaire ketengroei polymerisatie gebaseerde coating formulatie kit volgens één van de conclusies 15 tot 24 op een oppervlak, bevattend de volgende stappen:

- 5 (i) het mengen van componenten van de basis coat kit
- (ii) het aanbrengen van de basis coat op de oppervlak,
- (iii) verdelen van ten minste één granulaat (i) of (ii) volgens één van de conclusies 1 tot 10 over het oppervlak van het reeds aangebrachte basiscoatmengsel
- 10 (iv) het harden van de basiscoat voor de vorming van de coating op een oppervlak.

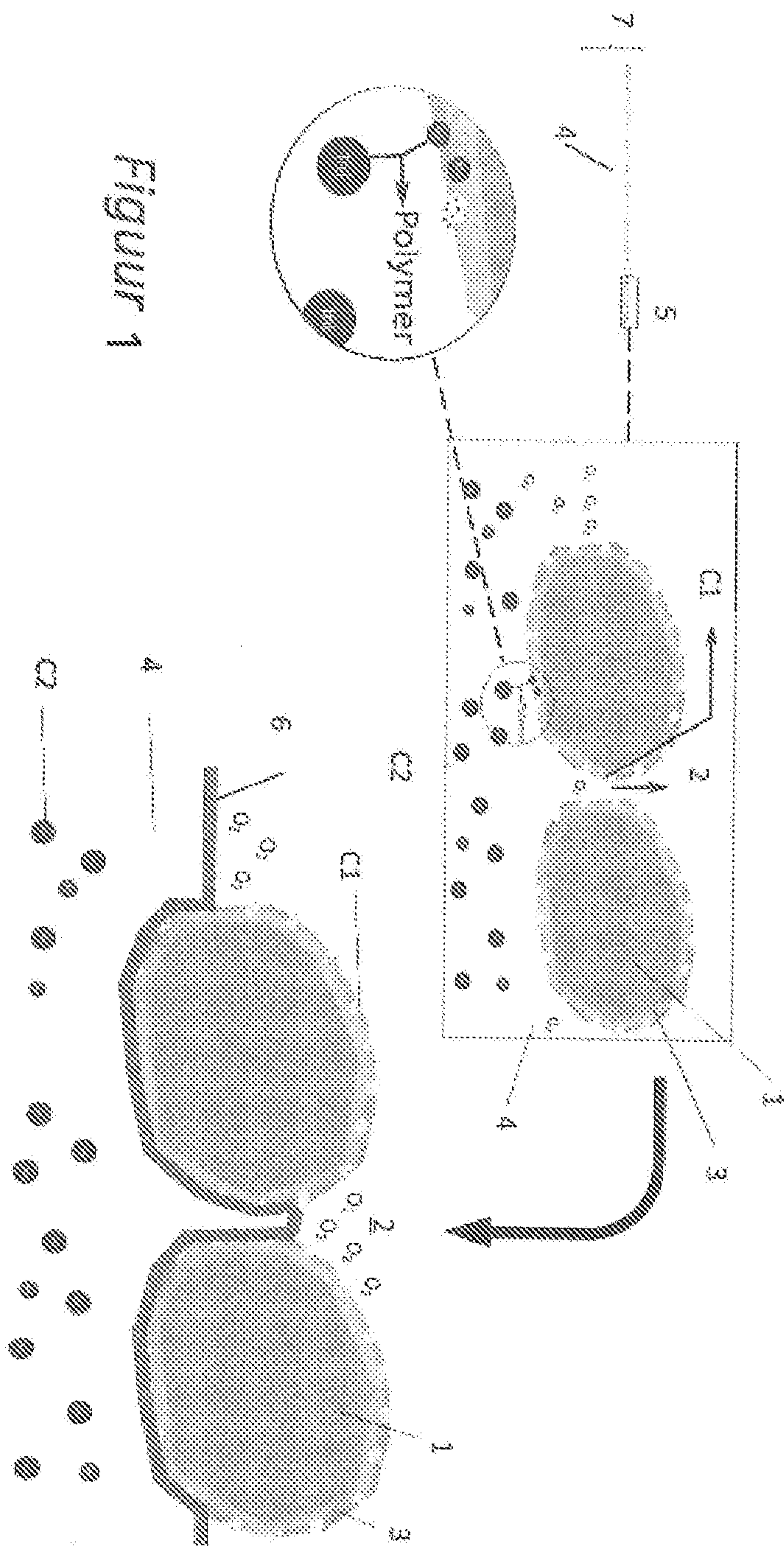
26. Proces voor het aanbrengen van een op radicalaire ketengroei polymerisatie gebaseerde coating formulatie kit volgens conclusie 25, waarin de oppervlak een ondergrond is en waarin het
15 aanbrengen binnen de 60 min vanaf het mengen van componenten van de basis coat kit, op een dikte van 0,2 tot 10mm gebeurt.

27. Proces voor het aanbrengen van een op radicalaire ketengroei polymerisatie gebaseerde coating formulatie kit volgens conclusie 25 of conclusie 26, waarin de eventuele onbedekte delen van
20 het oppervlak niet groter zijn dan 3mm² bij voorkeur kleiner dan 1mm².

28. Proces voor het aanbrengen van een op radicalaire ketengroei polymerisatie gebaseerde coating formulatie kit volgens één van de conclusies 25 tot 27, verder omvattende, voor stap (i), het aanbrengen van een primer op de oppervlak.

25 29. Proces voor het aanbrengen van een op radicalaire ketengroei polymerisatie gebaseerde coating formulatie kit volgens een van de conclusies 25 tot 28, verder omvattende, na stap (iv) het aanbrengen van een topcoating.

30. Toepassing van een granulaat volgens één van de conclusies 1 tot 12, in een radicalaire ketengroeipolymerisatie gebaseerde coating formulatie.



SAMENWERKINGSVERDRAG INZAKE OCTROOIEN

VERSLAG BETREFFENDE HET ONDERZOEK VAN HET INTERNATIONALE TYPE
OPGESTELD KRACHTENS ARTIKEL XI.23., §10 VAN HET BELGISCH WETBOEK
VAN ECONOMISCH RECHT

IDENTIFICATIE VAN DE NATIONALE AANVRAGE		KENMERK VAN DE AANVRAGER OF GEMACHTIGDE	
		PAT-10390-BE01	
Belgische nationale aanvraag nr.		Datum van indiening	
201905349		28-05-2019	
		Ingeroepen voorrangsdatum	
Aanvrager (Naam)			
SIDEc nv			
Datum van het verzoek voor een onderzoek van internationaal type		Door de Instantie voor Internationaal Onderzoek aan het verzoek voor een onderzoek van internationaal type toegekend nr.	
29-06-2019		SN73994	
I. CLASSIFICATIE VAN HET ONDERWERP (bij toepassing van verschillende classificaties, alle classificatiesymbolen opgeven)			
Volgens de internationale octrooi classificatie (CIB), of tezelfdertijd volgens de nationale classificatie en de CIB			
Zie onderzoeksrapport			
II. ONDERZOCHE GEBIEDEN VAN DE TECHNIEK			
Onderzochte minimum documentatie			
Classificatiesysteem		Classificatiesymbolen	
IPC		Zie onderzoeksrapport	
Onderzochte andere documentatie dan de minimum documentatie, voor zover dergelijke documenten in de onderzochte gebieden zijn opgenomen			
III. ☐ MEN IS VAN OORDEEL DAT BEPAALDE CONCLUSIES NIET HET ONDERWERP KONDEN UITMAKEN VAN EEN ONDERZOEK (opmerkingen op aanvullingsblad)			
IV. ☐ GEBREK AAN EENHEID VAN UITVINDING EN/OF VASTSTELLING BETREFFENDE DE OMVANG VAN HET ONDERZOEK (opmerkingen op aanvullingsblad)			

ONDERZOEKSRAPPORT BETREFFENDE HET
RESULTAAT VAN HET ONDERZOEK NAAR DE STAND
VAN DE TECHNIEK VAN HET INTERNATIONALE TYPE

Nummer van het verzoek om een onderzoek naar
de stand van de techniek
BE 201905349

A. CLASSIFICATIE VAN HET ONDERWERP
INV. C04B20/10 C04B20/12 C04B26/06
ADD.

Volgens de Internationale Classificatie van octrooien (IPC) of zowel volgens de nationale classificatie als volgens de IPC.

B. ONDERZOCHETE GEBIEDEN VAN DE TECHNIEK

Onderzochte minimum documentatie (classificatie gevolgd door classificatiesymbolen)
C04B

Onderzochte andere documentatie dan de minimum documentatie, voor dergelijke documenten, voor zover dergelijke documenten in de onderzochte gebieden zijn opgenomen

Tijdens het onderzoek geraadpleegde elektronische gegevensbestanden (naam van de gegevensbestanden en, waar uitvoerbaar, gebruikte trefwoorden)

EPO-Internal, WPI Data

C. VAN BELANG GEACHTE DOCUMENTEN

Categorie °	Geciteerde documenten, eventueel met aanduiding van speciaal van belang zijnde passages	Van belang voor conclusie nr.
X	US 2012/189857 A1 (MATSUMOTO TAKASHI [JP] ET AL) 26 juli 2012 (2012-07-26) * samenvatting; voorbeeld 1 *	15-30
X	----- US 5 254 633 A (HAN CHIEN-CHUNG [US] ET AL) 19 oktober 1993 (1993-10-19) * alineas [0024], [0033]; tabel 1 * -----	1-14

☐ Verdere documenten worden vermeld in het vervolg van vak C.

☒ Leden van dezelfde octrooifamilie zijn vermeld in een bijlage

° Speciale categorieën van aangehaalde documenten

"A" niet tot de categorie X of Y behorende literatuur die de stand van de techniek beschrijft

"D" in de octrooiaanvraag vermeld

"E" eerdere octrooi(aanvraag), gepubliceerd op of na de indieningsdatum, waarin dezelfde uitvinding wordt beschreven

"L" om andere redenen vermelde literatuur

"O" niet-schriftelijke stand van de techniek

"P" tussen de voorrangsdatum en de indieningsdatum gepubliceerde literatuur

"T" na de indieningsdatum of de voorrangsdatum gepubliceerde literatuur die niet bezwarend is voor de octrooiaanvraag, maar wordt vermeld ter verheldering van de theorie of het principe dat ten grondslag ligt aan de uitvinding

"X" de conclusie wordt als niet nieuw of niet inventief beschouwd ten opzichte van deze literatuur

"Y" de conclusie wordt als niet inventief beschouwd ten opzichte van de combinatie van deze literatuur met andere geciteerde literatuur van dezelfde categorie, waarbij de combinatie voor de vakman voor de hand liggend wordt geacht

"&" lid van dezelfde octrooifamilie of overeenkomstige octrooipublicatie

Datum waarop het onderzoek naar de stand van de techniek van internationaal type werd voltooid

12 februari 2020

Verzenddatum van het rapport van het onderzoek naar de stand van de techniek van internationaal type

Naam en adres van de instantie

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040,
Fax: (+31-70) 340-3016

De bevoegde ambtenaar

Roesky, Rainer

ONDERZOEKSRAPPORT BETREFFENDE HET
RESULTAAT VAN HET ONDERZOEK NAAR DE STAND
VAN DE TECHNIEK VAN HET INTERNATIONALE TYPE

Informatie over leden van dezelfde octrooifamilie

Nummer van het verzoek om een onderzoek naar
de stand van de techniek

BE 201905349

In het rapport genoemd octrooigeschrift	Datum van publicatie	Overeenkomend(e) geschrift(en)	Datum van publicatie
US 2012189857	A1	26-07-2012	CN 102549088 A 04-07-2012
			EP 2484731 A1 08-08-2012
			JP 4766357 B2 07-09-2011
			JP WO2011040384 A1 28-02-2013
			KR 20120065963 A 21-06-2012
			US 2012189857 A1 26-07-2012
			WO 2011040384 A1 07-04-2011

US 5254633	A	19-10-1993	GEEN



SCHRIFTELIJKE OPINIE

Dossier Nummer SN73994	Indieningsdatum (<i>dag/maand/jaar</i>) 28.05.2019	Vorrangsdatum (<i>dag/maand/jaar</i>)	Aanvraagnummer BE201905349
Classificatie (IPC) INV. C04B20/10 C04B20/12 C04B26/06			
Aanvrager SIDECE nv			

Deze schriftelijke opinie bevat een toelichting en de corresponderende pagina's met betrekking tot de volgende onderdelen:

- ☒ Onderdeel I Basis van schriftelijke opinie
- ☐ Onderdeel II Voorrang
- ☐ Onderdeel III Formulering van een opinie inzake nieuwheid, inventiviteit en industriële toepasbaarheid niet mogelijk
- ☐ Onderdeel IV De aanvraag heeft betrekking op meer dan één uitvinding
- ☒ Onderdeel V Gemotiveerde verklaring ten aanzien van nieuwheid, inventiviteit en industriële toepasbaarheid; citaten en explicaties ter ondersteuning van deze verklaring
- ☐ Onderdeel VI Bepaalde geciteerde documenten
- ☐ Onderdeel VII Gebreken in de aanvraag
- ☐ Onderdeel VIII Opmerkingen betreffende de aanvraag

Form BE237A (Dekblad) (Januari 2007)	De Examiner Roesky, Rainer
--------------------------------------	-------------------------------

Onderdeel I Basis van de opinie

1. Deze opinie is opgesteld op basis van de conclusies ingediend voor aanvang van het onderzoek.
2. Met betrekking tot **nucleotide en/of aminozuur sequenties** die, in voorkomend geval, genoemd worden in de aanvraag, is deze opinie opgesteld op basis van de volgende elementen:
 - a. Aard van het element:
 - ☐ een lijst van de sequentie(s)
 - ☐ tabel(len) met betrekking tot de lijst van de sequentie(s)
 - b. Type drager:
 - ☐ op papier
 - ☐ in elektronische vorm
 - c. Moment van indiening of levering:
 - ☐ opgenomen in de aanvraag zoals ingediend
 - ☐ samen met de aanvraag elektronisch ingediend
 - ☐ later geleverd
3. ☐ Bovendien, wanneer er mer dan één versie of kopie van een sequentielijst of van één of meerdere tabellen die er betrekking op hebben, werd ingediend, zijn de benodigde verklaringen ingediend, dat de informatie, die later of bij wijze van aanvullende kopieën werd geleverd naar gelang het geval, identiek is aan diegene die oorspronkelijk werd geleverd en niet verder gaat dan de openbaarmaking in de internationale aanvraag zoals oorspronkelijk ingediend.
4. Aanvullende opmerkingen:

SCHRIFTELIJKE OPINIE

Aanvraagnummer
BE201905349

Onderdeel V Gemotiveerde verklaring ten aanzien van nieuwheid, inventiviteit en industriële toepasbaarheid; citaten en explicaties ter ondersteuning van deze verklaring

1. Verklaring

Nieuwheid	Ja: Conclusies 1-14, 16-18, 20-22, 24-30 Nee: Conclusies 15, 19, 23
Inventiviteit	Ja: Conclusies Nee: Conclusies 1-30
Industriële toepasbaarheid	Ja: Conclusies 1-30 Nee: Conclusies

2. Citaten en explicaties:

Zie apart blad

Re Item V

Reasoned statement with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement

1 Reference is made to the following documents:

- D1 US 2012/189857 A1 (MATSUMOTO TAKASHI [JP] ET AL) 26 juli 2012
- D2 US 5 254 633 A (HAN CHIEN-CHUNG [US] ET AL) 19 oktober 1993

2 The present application does not meet the criteria of patentability, because the subject-matter of claims 15, 19 and 23 is not new.

2.1 The document D1 discloses (see search report) describes a coating formulation kit comprising:

- quartz sand particles (§33, 0,1-2mm D50 is implicit as this is the standard size for sand/quartz aggregates)
- a radical initiator and a urethane-methacrylate resin ((Table 1)

Therefore the subject-matter of claim 15 is not new.

2.2 Dependent claims 19, 23 do not appear to contain any additional features which, in combination with the features of any claim to which they refer, meet the requirements of novelty because D1 also discloses

- methacrylate polymers
- a filler

3 The present application does not meet the criteria of patentability, because the subject-matter of claims 1, 2-14, 16-18, 20-22, 24-30 does not involve an inventive step.

3.1 The document D2 is regarded as being the closest prior art to the subject-matter of claim 1, and discloses (the references in parentheses applying to this document) a granulate coated with a radical initiator and having a particle size of 0,43mm (example 1).

The subject-matter of claim 1 therefore differs from this known D2 in that the water contact angle is 35° or more and that the amount of C1 is greater than 0,2 g/m².

There seems to be no technical effect related to this difference.

- The feature contact angle is merely one of several straightforward possibilities from which the skilled person would select, in accordance with circumstances, without the exercise of inventive skill, in order to solve the problem posed.
- 3.2 D1 discloses a process for applying a radical chain growth polymerization coating formulation kit on a surface by mixing, applying and curing.
- The difference between claim 25 and D1 is the distribution of a specific granulate over the surface of the already applied coat mixture.
- There seems to be no technical effect related to this difference.
- The feature of the application of the additional particles is merely one of several straightforward possibilities from which the skilled person would select, in accordance with circumstances, without the exercise of inventive skill, in order to solve the problem posed.
- 3.3 A similar argument is valid for the subject-matter of claim 30.
- 3.4 Dependent claims 2-14, 16-18, 20-22, 24, 26-29 do not appear to contain any additional features which, in combination with the features of any claim to which they refer, meet the requirements of inventive step because specific components added or particle sizes and quantities used are not linked to any technical effect. It seems that they are just arbitrary parameters that would be used by the skilled person to optimize the process and the composition without using inventive skill.

Betreffende Item V

Beargumenteerde verklaring met betrekking tot nieuwheid, inventiviteit of industriële toepasbaarheid; referenties en toelichting ter ondersteuning van deze verklaring

1 Er wordt verwezen naar de volgende documenten:

D1 US 2012/189857 A1 (MATSUMOTO TAKASHI [JP] ET AL) 26 juli 2012

D2 US 5 254 633 A (HAN CHIEN-CHUNG [US] ET AL) 19 oktober 1993

2 De onderhavige aanvraag voldoet niet aan de criteria van octrooieerbaarheid, omdat de materie volgens de conclusies 15, 19 en 23 niet nieuw is.

2.1 In document D1 (zie onderzoeksrapport) wordt een coatingsformuleringkit beschreven, omvattende:

- ° kwartszanddeeltjes (§33, 0,1-2 mm D50 is impliciet, aangezien dit de standaardgrootte voor zand-/kwartsaggregaten is)
- ° een radicale initiator en een urethaan-methacrylaathars (tabel 1)

De materie volgens conclusie 15 is derhalve niet nieuw.

2.2 De afhankelijke conclusies 19, 23 lijken geen aanvullende maatregelen te bevatten die in combinatie met de maatregelen volgens een der conclusies waarnaar zij verwijzen, voldoen aan de eisen van nieuwheid, omdat in D1 eveneens wordt geopenbaard

- ° methacrylaatpolymeren
- ° een vulstof

3 De onderhavige aanvraag voldoet niet aan de criteria van octrooieerbaarheid, omdat de materie volgens de conclusies 1, 2-14, 16-18, 20-22, 24-30 geen inventiviteit omvat.

3.1 In document D2, dat wordt geacht de meest nabijgelegen stand van de techniek bij de materie volgens conclusie 1 te zijn, wordt (waarbij de verwijzingen tussen haakjes van toepassing zijn op dit document) een granulaat gecoat met een radicale initiator en met een partikelgrootte van 0,43 mm geopenbaard (voorbeeld 1).

Het verschil tussen de materie volgens conclusie 1 en dit bekende D2 is derhalve dat de contacthoek met water 35 ° of meer is en dat de hoeveelheid C1 groter is dan 0,2 g/m².

Er lijkt geen technisch gevolg gerelateerd te zijn aan dit verschil.

De maatregel contacthoek is veeleer één van de verschillende voor de hand liggende mogelijkheden waaruit een deskundige in het vakgebied, afhankelijk van de omstandigheden en zonder uitvinderswerkzaamheid, zou kiezen om het gestelde probleem op te lossen.

- 3.2 In D1 wordt een proces geopenbaard voor het aanbrengen van een radicale ketengroeipolymerisatie-coatingsformuleringkit op een oppervlak door mengen, aanbrengen en harden.

Het verschil tussen conclusie 25 en D1 is de verdeling van een specifiek granulaat over het oppervlak van het reeds aangebrachte coatmengsel.

Er lijkt geen technisch gevolg gerelateerd te zijn aan dit verschil.

De maatregel van de toepassing van de aanvullende deeltjes is veeleer één van de verschillende voor de hand liggende mogelijkheden waaruit een deskundige in het vakgebied, afhankelijk van de omstandigheden en zonder uitvinderswerkzaamheid, zou kiezen om het gestelde probleem op te lossen.

- 3.3 Een soortgelijk argument geldt voor de materie volgens conclusie 30.

- 3.4 De afhankelijke conclusies 2-14, 16-18, 20-22, 24, 26-29 lijken geen aanvullende maatregelen te bevatten die in combinatie met de maatregelen volgens een der conclusies waarnaar zij verwijzen voldoen aan de eisen van inventiviteit, omdat toegevoegde specifieke componenten of gebruikte partikelgroottes en hoeveelheden niet aan enig technisch gevolg gerelateerd zijn. Dit lijken slechts arbitraire parameters te zijn die door een deskundige in het vakgebied zouden worden gebruikt om het proces en de samenstelling zonder uitvinderswerkzaamheid te optimaliseren.